

**MECANISMOS DE DEFORMACIÓN Y ROTURA DE  
MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA**

**Pedro Alberto Poza Gómez**

**FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS  
UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**

**Madrid, 1996**





UNIVERSIDAD COMPLUTENSE



5314279223

77/2006/5

FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS  
DEPARTAMENTO DE FÍSICA DE MATERIALES  
UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

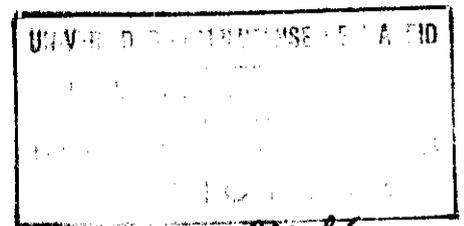
MECANISMOS DE DEFORMACIÓN Y ROTURA DE MATERIALES  
COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA

**Pedro Alberto Poza Gómez**  
Licenciado en Ciencias Físicas

Memoria para la obtención del grado de Doctor en Ciencias Físicas

Director de tesis:

**Javier LLorca Martínez**  
Doctor Ingeniero de Caminos  
Catedrático de Universidad



N.º REGISTRO 22476

Departamento de Ciencia de Materiales  
ETSI de Caminos. Universidad Politécnica de Madrid

Madrid, 1996

616173661

i 25231935

*La tarea, pues, no es tanto ver lo que  
aún nadie ha visto, como pensar lo  
que nadie ha pensado sobre aquello  
que todos ven.*

**Erwin SCHRÖDINGER**



# CONTENIDO

<b>Agradecimientos</b>	<b>ix</b>
<b>Resumen</b>	<b>xi</b>
<b>Abstract</b>	<b>xiii</b>
<b>1 Prólogo</b>	<b>1</b>
1.1 Aproximación al problema	1
1.2 Objetivos de la tesis	5
1.3 Contenido de la tesis	6
<b>2 Materiales compuestos basados en aleaciones de Al-Li</b>	<b>9</b>
2.1 Microestructura de las aleaciones basadas en el sistema Al-Li	9
2.2 Características microestructurales de materiales compuestos de matriz metálica	16
2.2.1 Características del refuerzo	16
2.2.2 Efecto del refuerzo en la microestructura de la matriz	17
2.3 Mecanismos de deformación	22
2.3.1 Comportamiento bajo carga monótona	22
2.3.2 Comportamiento bajo carga cíclica	31
2.4 Mecanismos de rotura	34
2.4.1 Rotura bajo carga monótona	35
2.4.2 Rotura bajo carga cíclica	37
<b>3 Caracterización microestructural</b>	<b>41</b>
3.1 Materiales	41
3.2 Técnicas experimentales	43
3.3 Estructura de los granos	44
3.4 Análisis del refuerzo	47
3.5 Precipitación	49
3.5.1 Condición de madurado artificial T651	49
3.5.2 Condición de madurado natural T4	56

<b>4</b>	<b>Comportamiento mecánico</b>	<b>61</b>
	4.1 Comportamiento bajo carga monótona	61
	4.1.1 Técnicas experimentales	61
	4.1.2 Propiedades mecánicas	63
	4.1.3 Mecanismos de deformación	70
	4.1.4 Mecanismos de rotura	77
	4.2 Comportamiento bajo carga cíclica	92
	4.2.1 Técnicas experimentales	92
	4.2.2 Propiedades mecánicas bajo carga cíclica	95
	4.2.3 Mecanismos de deformación	101
	4.2.4 Mecanismos de rotura	108
<b>5</b>	<b>Modelización del comportamiento mecánico</b>	<b>123</b>
	5.1 Justificación del modelo	123
	5.2 Descripción del modelo	126
	5.3 Resultados	134
	5.3.1 Comportamiento bajo carga monótona	135
	5.3.2 Comportamiento bajo carga cíclica	150
<b>6</b>	<b>Conclusiones y trabajo futuro</b>	<b>161</b>
	6.1 Conclusiones	161
	6.2 Trabajo futuro	163
<b>7</b>	<b>Bibliografía</b>	<b>165</b>

# AGRADECIMIENTOS

Deseo expresar mi más sincero agradecimiento a mi director de tesis, el profesor D. Javier LLorca Martínez, por todas las enseñanzas que ha sabido transmitirme.

A todos y cada uno de los miembros del departamento de Ciencia de Materiales de la E.T.S. de Ingenieros de Caminos de la U.P.M., por su amable disponibilidad para conmigo en todo momento. En especial quiero hacer constar mi gratitud a José Ygnacio Pastor por su sincera amistad y por su inestimable ayuda. A Javier Gómez, ante todo buen amigo, por todas las horas que ha sufrido mis ilusiones y desilusiones. A José Luis Martínez por su carácter desenfadado y su ayuda durante el desarrollo de los cálculos numéricos. A Iñaki Arbilla por su lectura cuidadosa y sus *numerosas gracias*. A Jesús Ruiz por mostrarme el espacio de las propiedades mecánicas. A los miembros del taller mecánico, Pascual Colás y Juan Serrano, y, en especial, a Tomás Beleña por su inestimable colaboración. A José Miguel Martínez, por su ayuda en el diseño gráfico y la fotografía. A Rosa María Morera, Ana María Flores y Elena González por su ayuda en múltiples trámites administrativos. Finalmente quiero agradecer al profesor D. Manuel Elices Calafat su atenta mirada durante el desarrollo de este trabajo.

A D. Carlos Barba, director del Centro de Microscopía "Luis Bru", por su disponibilidad y amena conversación, y a Jesús González Casablanca por su colaboración al preparar las muestras para el microscopio electrónico de transmisión.

A Javier del Río, profesor del Departamento de Física de Materiales de la U.C.M., por sus valiosos comentarios sobre la microestructura de las aleaciones Al-Li.

A mi tutora D<sup>a</sup> Eloisa López, y al Departamento de Física de Materiales de la U.C.M. por acoger esta tesis.

Al Ministerio de Educación y Ciencia por la beca de Formación de Personal Investigador que me ha permitido realizar esta tesis.

Finalmente esta relación no podría estar completa sin mencionar a mis padres, familiares y amigos, por su apoyo y amistad, que han hecho posible este trabajo. En especial quiero agradecer a M<sup>a</sup> Paz su paciencia y su aliento.

Madrid, veinticuatro de Octubre de 1996

# RESUMEN

Esta tesis doctoral presenta un estudio detallado de los mecanismos de deformación y rotura bajo la acción de cargas monótonas y cíclicas de una aleación Al-Li-Cu-Mg-Zr reforzada con un 15% en volumen con partículas de SiC madurada a temperatura ambiente y a alta temperatura. Paralelamente se ha estudiado la aleación sin reforzar para valorar la influencia del refuerzo cerámico en el comportamiento del compuesto.

En primer lugar se caracterizó la microestructura de la aleación y del material compuesto de matriz metálica (MCMM). La estructura de granos y la geometría del refuerzo se analizaron mediante técnicas de metalografía cuantitativa observándose que el tamaño de grano se redujo por efecto del refuerzo cerámico. La estructura de precipitados y la intercara matriz-refuerzo se estudiaron en el microscopio electrónico de transmisión. La presencia del refuerzo cerámico favoreció la nucleación de precipitados semicoherentes y dificultó el desarrollo de fases coherentes.

Las propiedades mecánicas bajo carga monótona se obtuvieron mediante ensayos de tracción simple. El análisis en el microscopio electrónico de transmisión de las diferentes estructuras de dislocaciones demostró que los mecanismos de deformación del compuesto no se modificaron con respecto a la aleación sin reforzar en el material madurado a alta temperatura: la presencia del precipitado semicoherente S' endureció los materiales según el mecanismo de Orowan. Por el contrario, el material compuesto y la aleación sin reforzar madurados a temperatura ambiente presentaron diferencias en los mecanismos de deformación. La deformación se localizó en bandas de deslizamiento en esta última pero no en el compuesto, donde la reducción del recorrido libre medio de las dislocaciones evitó la localización de la deformación.

El comportamiento cíclico de los materiales se evaluó a partir de ensayos de fatiga con amplitud de deformación constante para determinar

la curva tensión-deformación cíclica. Los materiales madurados artificialmente a alta temperatura ablandaron muy ligeramente por deformación cíclica, mientras que los madurados a temperatura ambiente endurecieron durante la deformación cíclica. El endurecimiento del MCM fue inferior al encontrado en la aleación sin reforzar.

Los mecanismos de deformación cíclica del compuesto madurado a alta temperatura fueron similares a los encontrados en la aleación sin reforzar. Las dislocaciones quedaron atrapadas en las intercaras de los precipitados semicoherentes S', dando lugar a una respuesta estable. Por el contrario, la falta de obstáculos al movimiento de las dislocaciones en los materiales madurados a temperatura ambiente provocó un fuerte endurecimiento por deformación cíclica debido a la interacción entre las dislocaciones. Al igual que en los ensayos de tracción, la deformación se localizó en bandas de deslizamiento en algunos granos de la aleación sin reforzar pero no en el material compuesto.

El estudio de los mecanismos de rotura se realizó mediante el análisis fractográfico y el estudio metalográfico de las secciones transversales a la superficie de fractura de las probetas ensayadas. El mecanismo de daño dominante durante la deformación monótona y cíclica fue la fractura frágil de las partículas de refuerzo, que se localizó en la sección donde se produjo la rotura final de la probeta. La fractura final ocurrió por un mecanismo dúctil de crecimiento y coalescencia de huecos en la matriz a partir de las partículas cerámicas fracturadas o decohesionadas de la matriz.

La investigación se concluye con el desarrollo de un modelo de comportamiento mecánico de materiales compuestos reforzados con partículas que se ha aplicado al material estudiado. Este modelo predice la curva tensión-deformación monótona y cíclica del compuesto, incluida la ductilidad, a partir de las propiedades de la matriz y del refuerzo teniendo en cuenta la fractura de las partículas cerámicas durante la deformación.

# ABSTRACT

This doctoral thesis presents a detailed study of the deformation and fracture mechanisms in an Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy reinforced with 15 vol. % SiC particulates in the peak-aged and naturally aged conditions. The unreinforced alloy was also studied in order to analyse the influence of the reinforcement on the mechanical behaviour of the composite.

The microstructure of both the unreinforced alloy and the composite was studied. The grain structure and the geometric features of the particulates were analysed through quantitative metallography. The presence of the ceramic reinforcements led to a reduction of the grain size in the composite as compared to the unreinforced alloy. The precipitation structure and the matrix-reinforcement interface were studied through transmission electron microscopy. It was found that the precipitation of semicoherent phases was easier in the metal matrix composite (MMC) than in the unreinforced alloy. On the contrary, the nucleation of coherent phases in the composite was more difficult than in the unreinforced alloy.

Tensile tests were carried out in both the composite and the unreinforced alloy. The dislocation structures were studied in the transmission electron microscope. The deformation mechanisms in the peak-aged condition in both materials were similar. The S' precipitate hardened the materials through the Orowan mechanism. On the contrary, the mechanisms of deformation in the naturally aged materials were different. The deformation was localised in slip bands in the unreinforced alloy while it did not happen in the composite because the presence of the ceramic reinforcement reduced the mean free slip length.

Fully reversed strain-controlled fatigue tests were carried out to determine the cyclic stress-strain curve. The peak-aged materials showed slight cyclic softening whereas those in the naturally aged condition

exhibited cyclic strain hardening. The composite hardened less than the unreinforced alloy.

The mechanisms of cyclic deformation were similar in the peak-aged materials, with the dislocations trapped at the interfaces of the S' precipitates. As a consequence, the cyclic response was stable. On the contrary, the cyclic strain hardening observed in the naturally aged materials was due to the interaction between dislocations. The deformation was localised in slip bands in some grains of the naturally aged alloy but this phenomenon was not observed in the composite.

The fracture surfaces and the longitudinal sections of the tested specimens were used to investigate the failure mechanisms. The dominant damage mechanism during monotonic and cyclic deformation was particulate fracture, which was localised around the fracture region. The final fracture micromechanism was the growth and coalescence of voids in the matrix from broken or decohered particulates.

Finally, a micromechanical model of the behaviour of particulate reinforced metal matrix composites is presented and applied to the material studied. The model predicts the cyclic and monotonic stress-strain curve, including the ductility, using the matrix and reinforcement properties and takes into account the damage mechanisms experimentally observed during deformation.

# Capítulo 1

## PRÓLOGO

### 1.1. APROXIMACIÓN AL PROBLEMA

El actual desarrollo tecnológico requiere materiales con propiedades diferentes de aquellos utilizados convencionalmente. Esto ha provocado la búsqueda de nuevos materiales capaces de dar respuesta a estas necesidades, especialmente en las industrias aeroespacial, aeronáutica y del transporte en general. En este sentido el desarrollo de materiales compuestos ha sido uno de los avances más importantes durante los últimos años. El término material compuesto podría englobar a aquellos materiales formados al combinarse dos o más fases con diferentes propiedades, de tal modo que las propiedades del material compuesto sean distintas de las de los constituyentes que lo componen.

La idea de diseñar un nuevo material combinando distintos constituyentes no es nueva. La naturaleza nos presenta numerosos ejemplos de materiales compuestos. Entre ellos son de destacar: la madera, formada por fibras de celulosa embebidas en una matriz de lignina, y los huesos, formados por fibras de colágeno en una matriz mineral.

Desde antiguo el hombre ha utilizado esta idea para producir materiales capaces de dar respuesta a sus necesidades: en la antigua civilización israelita ya se emplearon ladrillos de barro reforzados con paja. Entre los materiales compuestos fabricados artificialmente por el hombre el más destacado ha sido el hormigón, que continúa utilizándose hoy día en ingeniería civil.

El término material compuesto empleado hasta el momento engloba de un modo general a una gran variedad de materiales con características muy distintas. Por tanto son necesarios criterios más específicos para considerar una definición de material compuesto (Chawla 1987, Matthews et al 1994 y Gibson 1994). En primer lugar debe tratarse de un material fabricado artificialmente, con intención expresa de combinar varias fases para obtener un material con nuevas propiedades. En segundo lugar los constituyentes deben tener propiedades claramente distintas, y estar distribuidos de tal modo que exista una separación definida. Finalmente los constituyentes deben encontrarse en una proporción importante.

Los materiales compuestos aparecen formados por dos o más fases químicamente distintas y separadas por una intercara. La fase que aparece de forma continua, y normalmente en mayor proporción, se denomina matriz. Los materiales compuestos pueden clasificarse según su matriz en tres categorías: materiales de matriz polimérica, de matriz cerámica y de matriz metálica. El segundo elemento del material compuesto es el refuerzo, normalmente más rígido que la matriz. La geometría del refuerzo es una de las características que influyen notablemente en las propiedades mecánicas del compuesto. Desde este punto de vista suelen considerarse dos categorías: materiales de refuerzo continuo, reforzados por fibras, y materiales de refuerzo discontinuo, reforzados por fibras cortas, *whiskers* o partículas.

Los primeros antecedentes de los materiales compuestos de matriz metálica (MCMM), que atrajeron tanto el interés científico como el ingenieril, se encuentran en las aleaciones metálicas endurecidas por dispersión. El estudio de estos materiales comenzó con los trabajos de Schmidt en 1924 consolidando mezclas de polvos de aluminio y alúmina, y continuó durante los años cincuenta y sesenta. Paralelamente, durante los años treinta y cuarenta, se desarrollaron los principios del endurecimiento de metales por precipitación. En ambos casos el endurecimiento del metal se produce al dificultar el movimiento de dislocaciones con partículas de pequeño tamaño. El endurecimiento por dispersión presenta ventajas a altas temperaturas frente a las aleaciones

endurecidas por precipitación debido a la estabilidad térmica de los óxidos cerámicos. Estos trabajos dieron lugar al desarrollo de las aleaciones metálicas usadas extensamente como materiales estructurales.

El estudio de los MCMM tal como se entiende en la actualidad comenzó a desarrollarse en los años sesenta. Los primeros trabajos se dirigieron al análisis de aleaciones metálicas reforzadas de forma continua principalmente con fibras de boro o wolframio. En estos sistemas la misión de la matriz consistía en transferir la carga aplicada a las fibras de refuerzo. Por lo tanto la microestructura y propiedades de la matriz eran un factor secundario. Durante los años setenta se redujo el interés en estos materiales a causa de los problemas de fabricación y del alto precio de las fibras de refuerzo. En la actualidad la necesidad de materiales con elevadas prestaciones a alta temperatura ha dirigido la investigación en MCMM reforzados con fibras hacia aquellos basados en aleaciones de titanio.

Los MCMM reforzados de forma discontinua se desarrollaron rápidamente durante los años ochenta. Los materiales utilizados como matriz han sido aleaciones ligeras, principalmente de aluminio y en menor medida de magnesio y titanio. Los refuerzos característicos han sido partículas y *whiskers* cerámicos de SiC o Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. El contenido de refuerzo alcanza valores relativamente altos (5-40%) y el endurecimiento debido a la transferencia de carga de la matriz a las partículas cerámicas es importante. Otros factores que determinan el comportamiento mecánico de estos MCMM son la microestructura y propiedades de la matriz. La presencia del refuerzo cerámico en el material provoca cambios microestructurales en la matriz que pueden endurecer el compuesto. Para comprender el comportamiento mecánico de estos MCMM es necesario estudiar tanto la transferencia de carga de la matriz al refuerzo como su microestructura.

Los MCMM presentan importantes ventajas frente a las correspondientes aleaciones sin reforzar (Clyne et al 1993, Koczack et al 1993 y Lloyd 1994a). Entre las propiedades mecánicas mejoradas por la presencia del refuerzo cerámico son de destacar el módulo de Young, el

límite elástico, especialmente a temperaturas elevadas, y la resistencia al desgaste. Las nuevas estructuras aeronáuticas y aeroespaciales requieren elevadas propiedades específicas. En este sentido las aleaciones basadas en materiales ligeros como el aluminio ( $\rho \approx 2.7 \text{ g/cm}^3$ ) reforzadas con partículas cerámicas de SiC ( $\rho = 3.2 \text{ g/cm}^3$ ) y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $\rho = 3.8 \text{ g/cm}^3$ ), que mantienen prácticamente constante la densidad del compuesto, resultan muy atractivas. Otras ventajas de los MCMM son su buena conductividad eléctrica y térmica, y la posibilidad de controlar el coeficiente de dilatación térmica. Estas propiedades permiten utilizar los MCMM como sustratos de dispositivos electrónicos que requieren coeficientes de expansión térmica bajos, buena conductividad eléctrica y elevada estabilidad dimensional. Otro factor importante para la utilización de los MCMM reforzados con partículas es que sus costes de producción son moderados, resultando aproximadamente el doble que los de las aleaciones empleadas como matriz procesadas de un modo similar. Los principales inconvenientes que presentan estos materiales son su reducida ductilidad y tenacidad de fractura como consecuencia de la presencia del refuerzo cerámico frágil (Lloyd 1991 y 1994a y LLorca et al 1993 y 1994a).

El aumento en el módulo elástico, y más concretamente en el módulo específico, es una de las ventajas de los MCMM que los hace más atractivos. Los MCMM se convierten en candidatos potenciales como materiales estructurales para aplicaciones donde la rigidez es un parámetro crítico de diseño como las barras de transmisión en automóviles y camiones. Por otra parte los materiales metálicos pueden mejorar algunas propiedades, como su límite elástico, modificando su microestructura o alterando sus aleantes. Sin embargo el módulo de elasticidad de metales como el aluminio prácticamente no se modifica en las aleaciones convencionales (Hatch 1984).

Un modo no convencional de mejorar las propiedades específicas de las aleaciones de aluminio es la adición de litio, que provoca un incremento en el módulo de Young especialmente interesante al encontrarse unido a una reducción significativa de la densidad. En concreto por cada adición porcentual de litio (% peso) el módulo de Young aumenta hasta un 6% y la densidad puede reducirse hasta un 3%

(Sankaran et al 1980, Sanders et al 1989 y Polmear 1989). Además la presencia de Li también contribuye a mejorar el límite elástico y tensión de rotura (Sanders et al 1982). Todos estos factores han motivado un creciente interés en el desarrollo de MCMM basados en aleaciones de Al-Li que podrían tener unas propiedades mecánicas específicas muy superiores a otras aleaciones de aluminio, mientras que el coste de producción se mantenía dentro de límites razonables (White et al 1989 y Miller et al 1989).

## 1.2 OBJETIVOS DE LA TESIS

Como se ha indicado los MCMM presentan importantes ventajas frente a las correspondientes aleaciones sin reforzar, resultando candidatos atractivos como materiales estructurales en las industrias aeronáutica, aeroespacial y del transporte en general. Sin embargo, su aplicación requiere llegar a una optimización de su microestructura, de manera que se alcancen valores máximos de rigidez y resistencia mecánica sin penalizar excesivamente la ductilidad y la tenacidad de fractura. Este trabajo necesita un conocimiento detallado de los mecanismos de deformación y rotura en estos materiales que permita evaluar la influencia de los parámetros microestructurales en las propiedades mecánicas. En este sentido los objetivos fundamentales de esta tesis son:

- Determinar los mecanismos de deformación y rotura de una aleación comercial basada en el sistema Al-Li reforzada en un 15% en volumen con partículas de SiC, bajo la acción de cargas monótonas y cíclicas.
- Desarrollar y validar modelos matemáticos que permitan estudiar la influencia de los parámetros microestructurales en el comportamiento mecánico de los materiales compuestos.

Para lograr estos objetivos se ha seguido la siguiente metodología:

- Caracterización microestructural del material compuesto y de la aleación sin reforzar en los tratamientos térmicos T651 y T4 mediante microscopía óptica, electrónica de barrido y electrónica de transmisión.
- Estudio experimental del comportamiento mecánico de los materiales considerados bajo la acción de cargas monótonas y cíclicas.
- Estudio de los micromecanismos de deformación y rotura mediante microscopía óptica, electrónica de barrido y electrónica de transmisión.
- Modelización del comportamiento mecánico de los materiales compuestos utilizando técnicas numéricas basadas en el método de los elementos finitos.

### **1.3 CONTENIDO DE LA TESIS**

En esta tesis se presenta un estudio detallado de los mecanismos de deformación y rotura de un material compuesto basado en una aleación de Al-Li. Se ha realizado un análisis cuantitativo de los micromecanismos de rotura y un estudio minucioso de los micromecanismos de deformación. Finalmente se ha propuesto un modelo del comportamiento mecánico bajo carga monótona y cíclica de los MCMM que se ha aplicado a los materiales estudiados.

La tesis se divide en siete capítulos. El primero de ellos es un prólogo que nos acerca al problema. El capítulo segundo ofrece una revisión del estado actual del conocimiento sobre los MCMM y la microestructura de las aleaciones basadas en el sistema Al-Li.

Los capítulos tercero, cuarto y quinto forman el núcleo central de la tesis, y en ellos se presentan las principales aportaciones de la

investigación realizada. El tercer capítulo afronta el análisis microestructural de los materiales utilizados. En el capítulo cuarto se presenta el estudio experimental del comportamiento mecánico del material compuesto y de la correspondiente aleación sin reforzar, incluyendo los ensayos mecánicos realizados, el análisis de los mecanismos de deformación mediante microscopía electrónica de transmisión y el estudio cuantitativo de los mecanismos de rotura utilizando microscopía electrónica de barrido. El modelo del comportamiento mecánico de los MCMM se desarrolla en el capítulo quinto, donde se aplica al material compuesto estudiado, comparando los resultados experimentales con las predicciones del modelo.

El sexto capítulo recoge las conclusiones del trabajo realizado, y las posibles líneas de trabajo futuro. Finalmente, el capítulo séptimo presenta las referencias bibliográficas citadas en los capítulos anteriores.



## Capítulo 2

# MATERIALES COMPUESTOS BASADOS EN ALEACIONES DE Al-Li

En este capítulo se presenta una revisión del estado actual del conocimiento sobre la microestructura y propiedades mecánicas de MCMM reforzados con partículas cerámicas. El capítulo comienza describiendo la microestructura de las aleaciones basadas en el sistema Al-Li. A continuación se presentan las características microestructurales de los MCMM haciendo hincapié en los principales cambios provocados por la presencia del refuerzo cerámico. Finalmente se describen los mecanismos de deformación de los MCMM al ser sometidos a la acción de cargas monótonas y cíclicas, y los principales mecanismos de rotura encontrados en estos materiales.

### 2.1. MICROESTRUCTURA DE LAS ALEACIONES BASADAS EN EL SISTEMA Al-Li

La adición de litio a las aleaciones de aluminio provoca una reducción de la densidad al tiempo que aumenta el módulo elástico. En concreto el módulo de Young aumenta hasta un 6% por cada unidad porcentual de litio en peso y la densidad puede reducirse hasta un 3% (Sankaran et al 1980, Sanders et al 1989 y Polmear 1989). Estas ventajas han provocado un gran interés en el desarrollo de aleaciones basadas en el sistema Al-Li con propiedades específicas elevadas.

La primera aleación de Al-Li apareció en 1957 con la denominación 2020 y fue utilizada en la estructura de un avión experimental (RA-SC Vigilante). Sin embargo esta aleación fue retirada rápidamente debido a

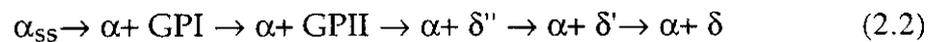
su baja ductilidad y tenacidad de fractura, y a los problemas de producción asociados a la alta reactividad del litio.

El desarrollo de aleaciones de alta resistencia basadas en el sistema Al-Li comenzó a tratarse en la "I Conferencia Internacional sobre aleaciones de Al-Li" (1980). Las primeras investigaciones se centraron en el estudio de las aleaciones Al-Li-Cu y Al-Li-Mg. Finalmente el desarrollo de aleaciones ligeras de elevada resistencia se dirigió hacia el sistema Al-Li-Cu-Mg-Zr produciéndose varias aleaciones comerciales entre las que cabe destacar la aleación 8090 (Liu et al 1992 y 1993 y Kumar et al 1993). Estas aleaciones comerciales pueden endurecerse por precipitación mediante diferentes tratamientos térmicos (Abis et al 1989 y Kojima et al 1989). Es conveniente revisar las principales reacciones de precipitación que determinan las características microestructurales de estas aleaciones.

Las aleaciones comerciales contienen un porcentaje importante de litio para reducir la densidad. Las fases  $\delta'$  ( $\text{Al}_3\text{Li}$ ) y  $\delta$  ( $\text{AlLi}$ ) son características comunes a todas las aleaciones basadas en el sistema Al-Li. El precipitado  $\delta'$  es una fase metaestable con estructura ordenada  $L1_2$  (figura 2.1), coherente con la matriz y de forma esférica. La nucleación de la fase  $\delta'$  se produce homogéneamente en la matriz durante el temple, aunque existe cierta controversia sobre si la precipitación se produce por nucleación homogénea a partir de la solución sólida sobresaturada de acuerdo con:



o por descomposición espinoidal existiendo un precursor de  $\delta'$ :



Esta última teoría propone tres fases metaestables previas a la aparición de  $\delta'$ , dos zonas de Gunier-Preston, GPI y GPII, y la fase  $\delta''$  (Miller et al 1986, Sanders et al 1989 y Williams 1989).

La fase  $\delta'$  crece manteniendo su forma esférica y la coherencia con la matriz durante la maduración de la aleación, incluso para diámetros del orden de 300 nm (Miller et al 1986). El crecimiento de la fase  $\delta'$  tiene una cinética proporcional a  $t^{1/3}$  que está controlada por el contenido de la aleación y la temperatura de maduración.

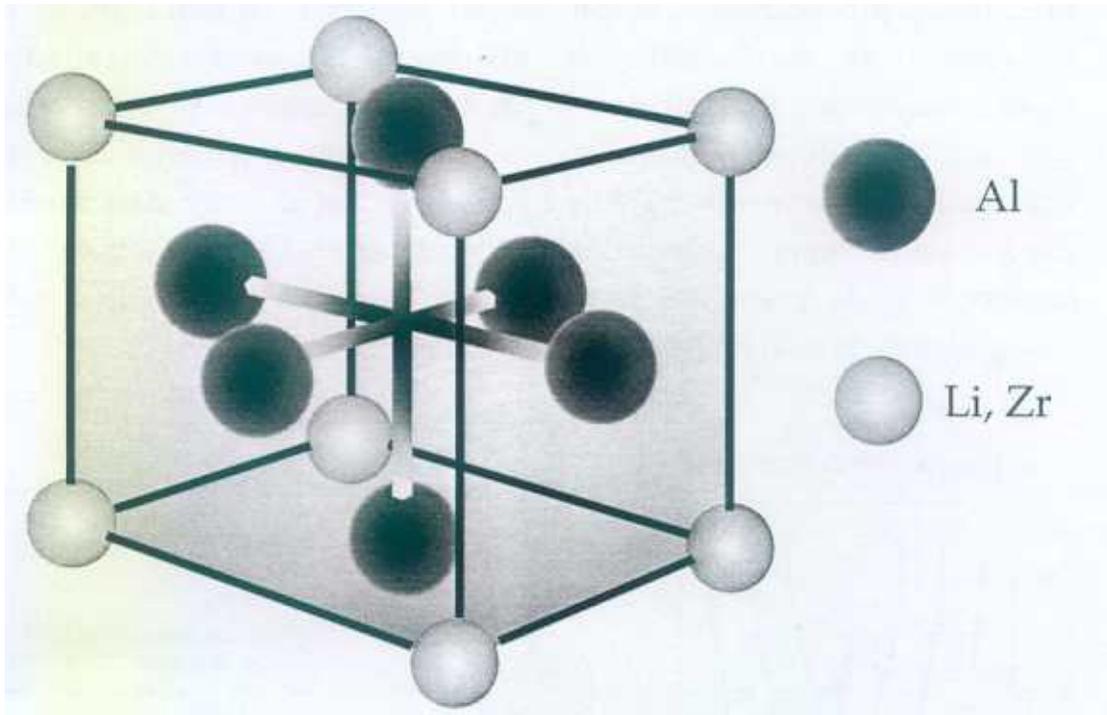


Figura 2.1: Estructura ordenada  $L1_2$  característica de las fases  $\delta'$  ( $Al_3Li$ ) y  $\beta'$  ( $Al_3Zr$ ).

Un sobremaduramiento del sistema Al-Li puede provocar la nucleación heterogénea en las fronteras de grano de la fase en equilibrio  $\delta$  ( $AlLi$ ). El crecimiento de esta fase se produce a expensas del precipitado  $\delta'$  dando lugar a una zona libre de precipitados (ZLP)  $\delta'$  en las fronteras de grano. Existe cierta controversia sobre el mecanismo de formación de la fase  $\delta$ , ya sea por transformación de la fase  $\delta'$  o por disolución de la fase metaestable y posterior nucleación de la fase de equilibrio.

La fase  $\delta'$ , al ser coherente con la matriz, puede ser cizallada por las dislocaciones (figura 2.2) y su contribución al endurecimiento de la aleación se debe a la resistencia que ofrece a ser cizallada. Según este mecanismo el límite elástico aumenta con el tamaño de la fase  $\delta'$ . Cuando

estos precipitados son cizallados por una dislocación se crea una zona de desorden en el plano de deslizamiento apareciendo una frontera de antifase. La resistencia que ofrece la fase  $\delta'$  al posterior paso de dislocaciones a través de ese plano es menor al haberse destruido el orden del precipitado en esa zona. Si la fase  $\delta'$  es suficientemente pequeña, la energía asociada a la frontera de antifase puede hacer inestable el precipitado provocando su disolución en la matriz. La reducción de la resistencia al movimiento de dislocaciones, al ser cizallados sucesivamente los precipitados  $\delta'$  por las dislocaciones, y su eventual redisolución da lugar a la localización de la deformación en bandas de deslizamiento (Sanders et al 1982 y Venkateswara et al 1992). Estas bandas pueden actuar como concentradores de tensiones en los puntos triples de las fronteras de grano, nucleando grietas que dan lugar a la rotura intergranular de la aleación.

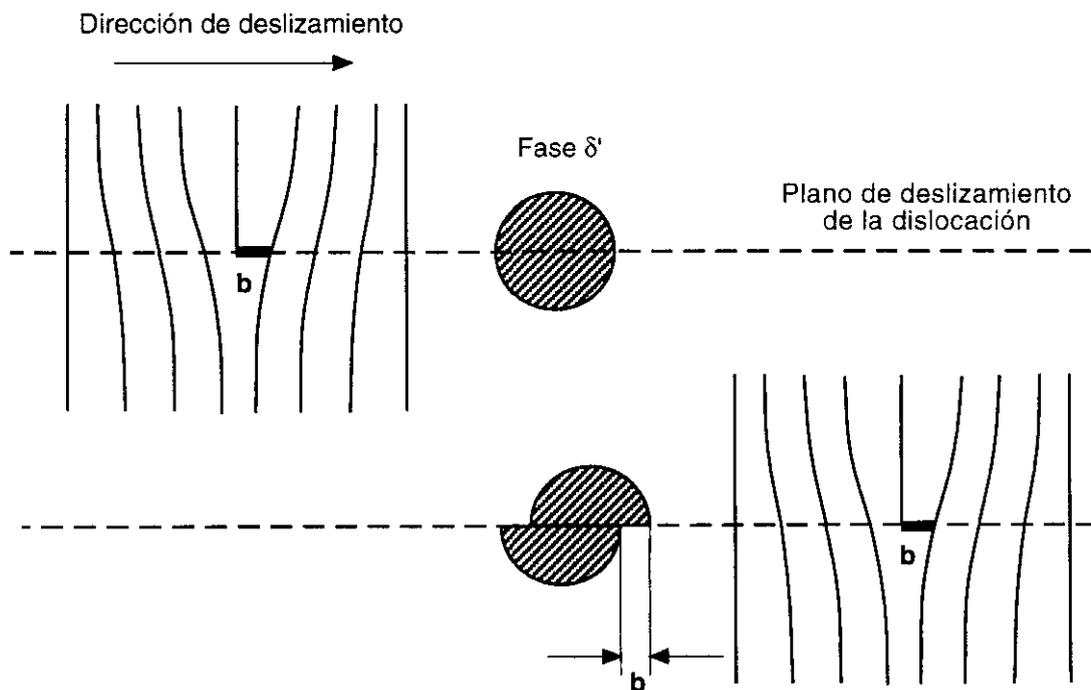


Figura 2.2: Fase  $\delta'$  cizallada por una dislocación que se mueve en su plano de deslizamiento.

En el caso de aleaciones sobremaduradas, la presencia de ZLP  $\delta'$  en las fronteras de grano también tiene efectos perjudiciales sobre las propiedades mecánicas del material. La aparición de estas ZLP se asocia al

crecimiento de la fase en equilibrio en las fronteras de grano de la aleación, y alrededor de estos precipitados pueden nuclearse microhuecos que faciliten la rotura final del material a través de los bordes de grano (Sanders et al 1982, Miller et al 1986 y Suresh et al 1987).

Para mejorar las propiedades mecánicas se han buscado formas de evitar la localización de la deformación y la formación de ZLP. En las aleaciones comerciales se añaden diversos aleantes para nuclear fases adicionales que coexistan con la fase  $\delta'$  y homogeneicen la deformación, así como dispersoides que reduzcan el tamaño medio de grano.

Pequeñas cantidades de manganeso, cromo o circonio se han utilizado en las aleaciones de Al-Li para controlar el tamaño de grano. Estos elementos provocan la formación de dispersoides que inhiben el crecimiento de los granos y refinan su microestructura. De estos elementos el cromo no ha resultado ser muy efectivo para afinar el grano, y por lo tanto no se ha empleado en las aleaciones comerciales. La presencia de manganeso en las aleaciones de Al-Li da lugar a varios dispersoides formados por Al, Mn y Fe o Si, según el contenido de la aleación. Sin embargo estas fases son incoherentes con la matriz y, como consecuencia, alrededor de ellas crece una ZLP porque la nucleación de la fase  $\delta'$ , coherente con la matriz, no se favorece en las zonas de la red con defectos (Miller et al 1986 y Sanders et al 1989).

Por el contrario, la adición de pequeñas cantidades de circonio a las aleaciones de Al-Li modifica su microestructura y mejora sensiblemente sus propiedades mecánicas. La presencia de circonio en la aleación da lugar a la formación del dispersoide  $\beta'$  ( $\text{Al}_3\text{Zr}$ ) que precipita de manera no uniforme durante el homogeneizado de la aleación e inhibe el crecimiento de los granos refinando la microestructura de la aleación. Este dispersoide, al igual que la fase  $\delta'$ , posee una estructura ordenada  $L1_2$  (figura 2.1) y es coherente con la matriz, evitándose la formación de ZLP  $\delta'$  alrededor de los dispersoides. Debido a la similitud entre las estructuras de las fases  $\delta'$  y  $\beta'$ , los precipitados  $\text{Al}_3\text{Li}$  pueden nuclearse sobre los dispersoides  $\text{Al}_3\text{Zr}$  dando lugar a partículas mixtas  $\beta'/\delta'$  con un tamaño mayor que el de las partículas  $\delta'$  libres. El proceso de maduración de la

aleación se acelera al aparecer una distribución de partículas de mayor tamaño.

Los principales aleantes añadidos a las aleaciones Al-Li para endurecerlas por precipitación han sido cobre y magnesio. La presencia de cobre en las aleaciones Al-Li provoca la precipitación de la fase metaestable  $\theta'$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ), el precipitado endurecedor de las aleaciones Al-Cu, y la fase de equilibrio  $T_1$  ( $\text{Al}_2\text{CuLi}$ ). La fase  $\theta'$  tiene estructura tetragonal, precipita en forma de placas en los planos  $\{001\}$  de la matriz de aluminio y aparece en las aleaciones Al-Li-Cu cuando la relación Cu/Li en peso es igual o mayor a 1/3. La fase  $T_1$  es el precipitado mayoritario en las aleaciones Al-Cu-Li, tiene estructura hexagonal y precipita en forma de placas en los planos  $\{111\}$  de la red cristalina de la matriz. Las fases  $\theta'$  y  $T_1$  precipitan heterogéneamente sobre dislocaciones, subfronteras de grano u otros defectos que puedan aparecer en la matriz de aluminio, e independientemente de la fase  $\delta'$  aunque pueden alterar su distribución. También puede aparecer la fase  $T_2$  ( $\text{Al}_3\text{CuLi}$ ) sobre las fronteras de grano, dando lugar a ZLP (Hatch 1984, Miller et al 1986 y Sanders et al 1989).

La adición de magnesio a las aleaciones Al-Li no introduce fases adicionales en el interior de los granos, aunque acelera la precipitación de la fase  $\delta'$ . Puede aparecer la fase ternaria T ( $\text{Al}_2\text{MgLi}$ ) que precipita en las fronteras de grano y lleva asociada la formación de una ZLP. El magnesio en combinación con cobre puede formar la fase S' ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) que precipita en forma de agujas alineadas en las direcciones  $\langle 001 \rangle$  del aluminio, es semicoherente con la matriz y tiene estructura ortorrómbica. La fase S' precipita heterogéneamente en las dislocaciones, subfronteras de grano u otros defectos de la matriz, y su presencia no produce la formación de ZLP en las fronteras de grano ni en las subfronteras de grano de la aleación (Harris et al 1986 y Flower et al 1986).

En las aleaciones Al-Li-Cu-Mg la precipitación depende de las concentraciones relativas de los distintos aleantes. Pequeñas cantidades de magnesio hacen desaparecer la fase  $\theta'$  introduciendo la fase S' que coexiste con  $\delta'$  y  $T_1$ , que continúan siendo los principales precipitados

endurecedores. Al aumentar la relación Mg/Cu la fase S' llega a ser el precipitado mayoritario pudiendo aparecer T<sub>1</sub> como fase minoritaria.

En general, la presencia de precipitados incoherentes o semicoherentes en la matriz (S',  $\theta'$  o T<sub>1</sub>) impide la localización de la deformación en bandas de deslizamiento. Las dislocaciones no pueden cizallar estos obstáculos y para superarlos deben curvarse alrededor de ellos dejando bucles de dislocación alrededor del precipitado según el mecanismo de Orowan (figura 2.3). La tensión necesaria para que las dislocaciones se curven alrededor del obstáculo aumenta con la curvatura y se favorece el deslizamiento en otros planos y direcciones cristalográficas. La activación de otros sistemas de deslizamiento contribuye a homogeneizar la deformación e impide la concentración de la deformación en bandas de deslizamiento, que es el mecanismo de deformación característico de las aleaciones binarias Al-Li donde la fase  $\delta'$  es el único precipitado endurecedor.

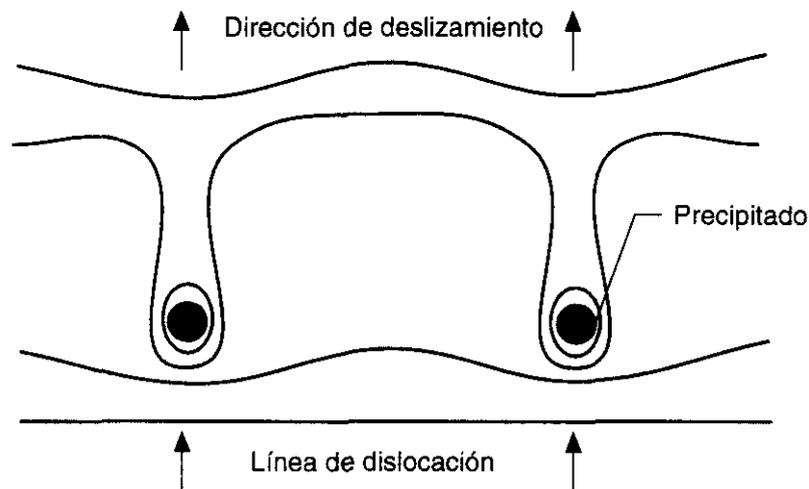


Figura 2.3: Mecanismo de Orowan.

En resumen, la microestructura de las aleaciones comerciales Al-Li-Cu-Mg-Zr se caracteriza por la presencia de las fases  $\delta'$ ,  $\beta'$  y S', pudiendo aparecer como precipitado minoritario la fase T<sub>1</sub>.

## 2.2 CARACTERÍSTICAS MICROESTRUCTURALES DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA

Al estudiar la microestructura de los MCMM deben considerarse las características de la matriz y del refuerzo. Este apartado comienza presentando las características de los refuerzos utilizados habitualmente, y a continuación se describen los cambios inducidos en la microestructura de la matriz por la presencia del refuerzo.

### 2.2.1 Características del refuerzo

Según la geometría del refuerzo los materiales compuestos pueden dividirse en dos categorías: materiales con refuerzo continuo y materiales de refuerzo discontinuo. Los primeros no han sido estudiados en esta tesis doctoral. Estos materiales se refuerzan con un contenido muy elevado de fibras (30%-60%) siendo las de B, C,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y SiC las más utilizadas.

Como refuerzo discontinuo se han utilizado elementos cerámicos, como óxidos y carburos, de elevada rigidez y resistencia mecánica, siendo los más extendidos  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y SiC. La forma de los refuerzos varía desde partículas esféricas a *whiskers* alargados pasando por partículas de forma irregular y bordes afilados. La forma de los refuerzos influye considerablemente en el comportamiento de los MCMM y se caracteriza por el factor de forma, que puede definirse como el cociente entre las dimensiones mayor y menor del refuerzo cerámico (Clyne et al 1993).

La distribución de las partículas depende del proceso de producción, pero en cualquier caso el objetivo del fabricante será distribuir las partículas cerámicas homogéneamente en la matriz. Una distribución no homogénea del refuerzo, con agrupaciones de partículas, resulta perjudicial para las propiedades mecánicas del material compuesto como

se indicará al revisar los mecanismos de rotura de los MCMM (Lloyd 1991 y LLorca et al 1994a).

Los materiales compuestos procesados por metalurgia de polvos son los que suelen presentar una estructura más homogénea porque la consolidación en estado sólido evita la segregación de las partículas, siempre que el tamaño de los polvos de la matriz no sea muy superior al de las partículas. Por esta razón, son los más apropiados cuando se desean alcanzar fracciones volumétricas de refuerzo muy elevadas. En MCMM procesados en estado líquido la distribución final de las partículas cerámicas depende de que su distribución en la matriz fundida durante la mezcla y después de la mezcla sea homogénea y de su redistribución durante la solidificación. Procesos posteriores como laminación o extrusión tienden a homogeneizar la distribución del refuerzo (Lloyd 1994a).

### **2.2.2. Efecto del refuerzo en la microestructura de la matriz**

La presencia de partículas cerámicas influye en la microestructura de la matriz de los MCMM. Los principales cambios observados son una reducción en el tamaño de grano medio, una densidad de dislocaciones muy superior a la encontrada en ausencia de refuerzo y, finalmente, una reducción en el tiempo de maduración como consecuencia del incremento en la densidad de dislocaciones.

#### *Estructura de granos*

La recristalización de los MCMM habitualmente tiene lugar tras procesos donde el material experimenta deformaciones importantes como laminación o extrusión. La incompatibilidad entre las partículas cerámicas indeformables y la matriz deformable provoca la formación de

una *zona de deformación* alrededor de las partículas que depende del tamaño y forma de los refuerzos (Humphreys et al 1990 y Clyne et al 1993).

Durante la recuperación del material, las dislocaciones situadas alrededor de las partículas cerámicas se reagrupan formando subfronteras de grano. Como resultado el tamaño de subgrano es muy fino en la vecindad de las partículas, especialmente en aquellos lugares donde la *zona de deformación* es mayor.

Durante el proceso de recristalización las partículas de refuerzo con un tamaño superior a  $1\ \mu\text{m}$  estimulan la formación de núcleos de recristalización en la *zona de deformación* que rodea al refuerzo. La forma de los refuerzos afecta al proceso de recristalización, de tal modo que la presencia de bordes afilados en las partículas cerámicas da lugar a una *zona de deformación* mayor favoreciendo la formación de núcleos de recristalización. La correlación entre la distribución, tamaño y forma del refuerzo y el tamaño medio de grano puede calcularse si se considera que cada partícula cerámica genera al menos un núcleo de recristalización (Humphreys et al 1990, Clyne et al 1993, Hansen et al 1993 y Lloyd 1994a).

El crecimiento de subgranos necesario para la formación de núcleos de recristalización puede resultar impedido si la distancia entre partículas es muy pequeña. En estas condiciones se produce la recuperación del material pero no la recristalización. Este proceso ocurre cuando la relación entre la fracción volumétrica de refuerzo,  $f$ , y el tamaño característico de las partículas,  $D$ , es inferior a 0.1 ( $f/D < 0.1$ ) (Humphreys et al 1990 y Lloyd 1994a). Los MCMM contienen habitualmente refuerzos de tamaño superior a  $1\ \mu\text{m}$  que cumplen  $f/D > 0.1$ . Por lo tanto normalmente se producirá la *nucleación estimulada por las partículas* y la estructura de la mayoría de los MCMM será recristalizada con un tamaño de grano fino.

La estructura de grano fino obtenida durante el proceso de recristalización se mantiene durante los tratamientos posteriores del material. Las partículas de refuerzo cerámico anclan las fronteras de los granos evitando el crecimiento de los mismos.

### Estructuras de dislocaciones

En los MCMM se ha observado una densidad de dislocaciones dos órdenes de magnitud superior a la medida sobre las aleaciones sin reforzar en condiciones semejantes ( $10^{14} \text{ m}^{-2}$  frente a  $10^{12} \text{ m}^{-2}$ ) (Vogelsang et al 1986, Christman et al 1988, Kim et al 1990, Suresh et al 1993 y Shi et al 1994). En los MCMM aparecen tensiones de origen térmico al enfriar el material desde la temperatura de procesado, debido a la diferencia entre los coeficientes de dilatación térmica de la matriz y el refuerzo (tabla 2.1) (Arsenault et al 1987 y Kim et al 1990). Para relajar estas tensiones se emiten dislocaciones desde la intercara matriz-refuerzo al interior de la matriz. De este modo se acomodan los gradientes de deformación plástica que aparecen en la matriz alrededor del refuerzo (Vogelsang et al 1986 y Suresh et al 1993).

Tabla 2.1 : Coeficientes de dilatación térmica para los refuerzos habituales y algunas aleaciones empleadas como matriz (tomado de Clyne et al 1993 y Vaidya et al 1994).

	Matrices			Partículas de refuerzo	
	Al 8090	Al 2024	Al 6061	SiC	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
$\alpha$ ( $10^{-6} \text{ K}^{-1}$ )	21.0	23.6	23.6	4	7

Las dislocaciones emitidas desde las partículas de refuerzo no forman estructuras ordenadas. Normalmente se observan bucles de dislocaciones que rodean un disco de vacantes o intersticiales o distribuciones desordenadas de dislocaciones (*tangles*) (Barlow et al 1991 y 1995 y Hansen et al 1993). También se ha observado en la matriz de los MCMM la presencia de hélices de dislocaciones formadas por la condensación de vacantes en exceso sobre dislocaciones helicoidales que existían previamente en el material. Esta observación, unida a que las partículas de refuerzo pueden actuar como sumideros de defectos puntuales, provoca una disminución en la densidad de vacantes de los MCMM (Suresh et al 1993).

La emisión de dislocaciones desde el refuerzo hacia el interior de la matriz está relacionada con las características geométricas de los refuerzos.

Aumenta con su tamaño, y es más importante en las zonas formadas por vértices afilados, que pueden actuar como concentradores de tensiones (Vogelsang et al 1987 y Hansen et al 1993). Se han elaborado modelos que permiten estimar la distancia que recorren las dislocaciones emitidas desde el refuerzo. Según estos modelos las dislocaciones viajan a distancias del orden del tamaño de las partículas. En consecuencia la zona con una densidad de dislocaciones elevada se extiende por toda la matriz, incluso lejos de los refuerzos cerámicos (Taya et al 1987, Christman et al 1988 y Barlow et al 1991).

La mayoría de las aleaciones empleadas como matriz son tratables térmicamente, y la elevada densidad de dislocaciones observada en las matrices de los MCMM altera los procesos de endurecimiento por precipitación.

### *Precipitación*

La presencia del refuerzo cerámico en los MCMM provoca cambios en los procesos de precipitación. En general se ha observado que la maduración de los compuestos es más rápida. Las diferencias de tiempo de maduración encontradas entre las aleaciones sin reforzar y los MCMM se reducen al disminuir la temperatura, de tal modo que la maduración a bajas temperaturas puede no estar influida por el refuerzo cerámico o incluso retardarse (Christman et al 1988, Papazian 1988, Suresh et al 1989 y 1993, Lloyd 1994a y Vaidya et al 1994).

Algunas fases responsables del endurecimiento por precipitación a alta temperatura de las aleaciones de aluminio son incoherentes y precipitan preferentemente en regiones no homogéneas de la matriz, principalmente dislocaciones. Ejemplos de este tipo son los precipitados  $\theta'$  ( $\text{CuAl}_2$ ), característico de las aleaciones Al-Cu, y  $S'$  ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ), característico de las aleaciones Al-Cu-Mg. La mayor densidad de dislocaciones presente en los MCMM favorece la precipitación heterogénea, reduciendo el tiempo necesario para la nucleación

(Christman et al 1988, Suresh et al 1989 y 1993 y Lloyd 1994a). La relación entre el tiempo de maduración y la densidad de dislocaciones se ha comprobado también en aleaciones sin reforzar que habían sido deformadas antes de realizar el tratamiento térmico (Suresh et al 1993).

La respuesta acelerada al endurecimiento por precipitación de los MCMM se ha observado incluso para bajos contenidos de refuerzo, sin apreciarse reducciones adicionales del tiempo de maduración al incrementar la fracción volumétrica de partículas cerámicas (Suresh et al 1989 y 1993). Esto se debe a que al aumentar la densidad de defectos en el material por encima de un valor crítico no se continúa favoreciendo la nucleación heterogénea de precipitados.

La precipitación en aleaciones de aluminio, a bajas temperaturas, está controlada fundamentalmente por la nucleación de zonas de Guinier-Preston (GP). Su formación se favorece por la presencia de vacantes que aceleran los procesos de difusión. La densidad de vacantes en los MCMM es menor que en las aleaciones sin reforzar porque las partículas cerámicas actúan como sumideros de defectos puntuales al igual que las dislocaciones. Por otra parte algunas de las dislocaciones generadas en la intercara partícula-matriz se forman por condensación de vacantes durante el temple. Ambos mecanismos dificultan la formación de zonas de GP en los MCMM, explicando que los tiempos de maduración a baja temperatura sean similares, o incluso inferiores, en los compuestos frente a las aleaciones sin reforzar (Suresh et al 1993 y Lloyd 1994a).

Respecto a fases coherentes con la matriz, que nuclean homogéneamente, su precipitación no se favorece por el aumento en la densidad de dislocaciones. Por el contrario, el crecimiento de la fase  $\delta'$  en MCMM de Al-Li es más lento que en las correspondientes aleaciones sin reforzar debido a la disminución en la densidad de vacantes (Hunt et al 1990, Knowles et al 1991a y Vaidya et al 1994).

La precipitación en los MCMM puede tener lugar en la intercara partícula-matriz. La segregación de soluto en la intercara partícula-matriz

puede ejercer una gran influencia en las propiedades mecánicas de los MCMM, ya que la aparición de precipitados en la intercara puede fragilizarla. Por otra parte, el desarrollo de fases estables en la intercara puede dar lugar a la aparición de ZLP alrededor del refuerzo. La aparición de estas zonas también se favorece por la reducción en la densidad de vacantes y en el contenido de soluto alrededor de las partículas cerámicas que actúan como sumideros de defectos puntuales. La presencia de estas zonas en los MCMM puede hacer menos efectivos los mecanismos de transferencia de carga de la matriz al refuerzo. Por otra parte la existencia de una zona más débil rodeando el refuerzo puede localizar las deformaciones plásticas facilitando la nucleación de cavidades durante la deformación del compuesto (Mahon et al 1990 y Clyne et al 1993).

### **2.3. MECANISMOS DE DEFORMACIÓN**

La presencia del refuerzo cerámico en los MCMM modifica su comportamiento mecánico aumentando la resistencia y reduciendo la ductilidad. En este apartado se revisarán los mecanismos de deformación de los materiales compuestos cuando son sometidos a la acción de cargas monótonas y cíclicas.

#### **2.3.1 Comportamiento bajo carga monótona**

La presencia del refuerzo cerámico mejora sensiblemente el módulo de elasticidad de los MCMM. El límite elástico y la resistencia a tracción de los compuestos también son superiores a los observados en las correspondientes aleaciones sin reforzar. Por el contrario, la ductilidad en tracción disminuye debido a la presencia de las partículas cerámicas. A título de ejemplo, se han recogido en la tabla 2.2 las propiedades mecánicas de diversos MCMM con distintos contenidos de refuerzo. Se incluyen los resultados del módulo de Young,  $E$ , el límite elástico,  $\sigma_y$ , la resistencia a tracción,  $\sigma_u$ , y la deformación a rotura,  $\epsilon_u$ .

Tabla 2.2: Influencia del refuerzo en el comportamiento mecánico de MCM (Lloyd 1994a).

Matriz	Refuerzo	f (%)	Tratamiento	E (GPa)	$\sigma_y$ (MPa)	$\sigma_u$ (MPa)	$\epsilon_u$ (%)
6061	-	0	T6	69	275	310	20
6061	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10	T6	81	296	338	7.5
6061	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15	T6	87	317	359	5.4
6061	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20	T6	98	359	379	2.1
2014	-	0	T6	73	476	524	13
2014	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10	T6	84	483	517	3.3
2014	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15	T6	92	476	503	2.3
2014	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20	T6	101	483	503	1.0
A356	-	0	T61	76	205	280	6
A356	SiC	10	T61	82	287	308	0.6
A356	SiC	15	T61	91	329	336	0.3
A356	SiC	20	T61	98	336	357	0.4

### Deformación elástica

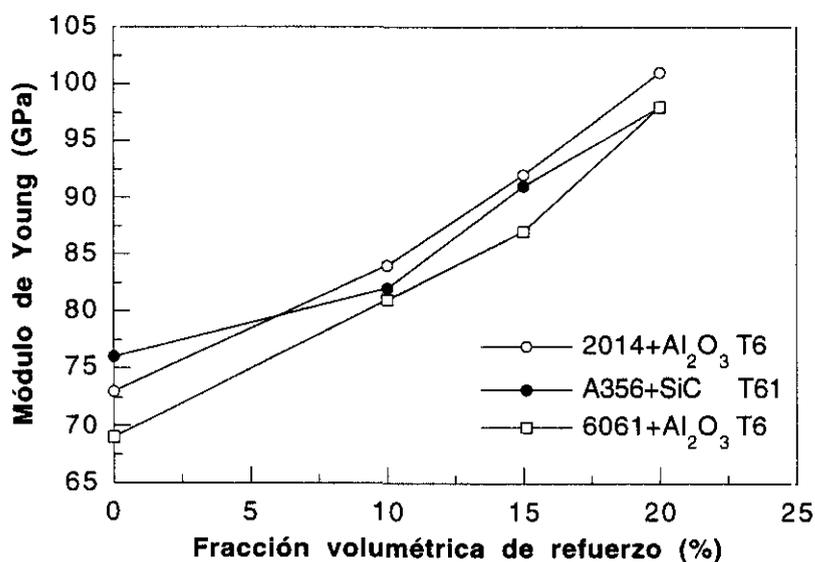


Figura 2.4: Variación del módulo de Young en función del contenido de refuerzo (Lloyd 1994a).

El módulo de Young siempre aumenta debido a la presencia del refuerzo cerámico, y este incremento es función de la fracción volumétrica de

partículas cerámicas (figura 2.4) (McDanelis 1985, Papazian et al 1990 y Lloyd 1994a).

La mejora del módulo de Young se produce por la transferencia de carga de la matriz a las partículas cerámicas debido a la mayor rigidez de éstas. Para que tenga lugar la transferencia de carga de la matriz a los refuerzos es necesario que la intercara partícula-matriz tenga una buena resistencia mecánica.

Los factores que controlan el aumento del módulo de Young son la fracción volumétrica de refuerzo y la forma de las partículas cerámicas (McDanelis 1985 y Lloyd 1994a). Cuanto mayor sea el contenido de refuerzo mayor será la carga que soporten las partículas cerámicas y por tanto mayor será el módulo de Young. La transferencia de carga de la matriz al refuerzo es más efectiva cuanto más alargadas son las partículas cerámicas. Como consecuencia el aumento del módulo elástico es mayor para refuerzos alargados, como los *whiskers*, que para partículas con un factor de forma cercano a la unidad. Al igual que en las aleaciones de aluminio convencionales, el módulo de Young de los compuestos tampoco se modifica por los tratamientos térmicos.

Para predecir las propiedades elásticas de los MCMM se han elaborado distintos modelos basados en la teoría de la elasticidad, que permiten calcular las tensiones que actúan en el refuerzo. Los métodos basados en la inclusión equivalente de Eshelby asumen un refuerzo de forma elipsoidal y proporcionan una buena estimación de las constantes elásticas de los MCMM reforzados de forma discontinua (Taya et al 1989). Los resultados obtenidos por este método son muy similares a los encontrados estudiando una celda unidad representativa del MCMM a través del método de los elementos finitos (Tveergard 1990, Levy et al 1990 y Clyne et al 1993). Los métodos basados en la transferencia de carga por cizalla de la matriz a los refuerzos proporcionan resultados aceptables del módulo de Young de los MCMM cuando los refuerzos son alargados. Sin embargo, este modelo subestima el comportamiento elástico de los compuestos cuando el factor de forma de las partículas cerámicas es pequeño, especialmente si el cociente entre los módulos de Young del

refuerzo y la matriz no es muy elevado, porque no tiene en cuenta la contribución de las tensiones que actúan sobre los extremos del refuerzo. Algunas modificaciones posteriores de este modelo han logrado que sus resultados se ajusten más a la realidad pero las correcciones empíricas carecen de una justificación rigurosa (Nardone et al 1986).

Las simulaciones basadas en la inclusión equivalente de Eshelby (Corbin et al 1994a) se han utilizado para estudiar la influencia de la distribución espacial del refuerzo en el módulo de Young de los MCMM. Estos análisis han concluido que la aparición de agrupaciones de partículas no modifica de manera importante el comportamiento elástico de los compuestos, siempre que la fracción volumétrica de refuerzo sea inferior al 25%.

El aumento en el módulo de Young en los MCMM es especialmente interesante al mantenerse a temperaturas elevadas. La variación del comportamiento elástico de los compuestos refleja la dependencia con la temperatura del módulo de la aleación matriz, encontrándose que el incremento en el módulo elástico de los MCMM se mantiene a altas temperaturas (Lloyd et al 1994 y Lloyd 1994b).

### *Deformación plástica*

Al contrario que el comportamiento elástico, controlado fundamentalmente por las características del refuerzo, la deformación plástica de los MCMM está muy influida por las propiedades de la matriz. Los distintos aleantes de la matriz, así como los tratamientos térmicos, son factores determinantes del límite elástico y la resistencia a tracción de los compuestos (McDanel 1985). La resistencia mecánica de los MCMM aumenta con respecto a la medida sobre las aleaciones sin reforzar, aunque el incremento en el límite elástico se reduce al aumentar la resistencia de la matriz (figura 2.5).

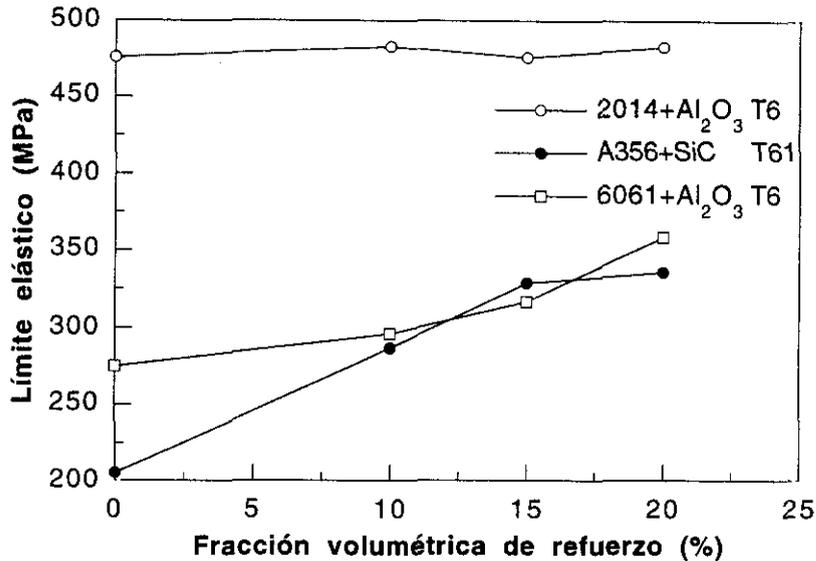


Figura 2.5: Variación del límite elástico con el contenido de refuerzo (Lloyd 1994a).

El endurecimiento de los MCM producidos por la presencia del refuerzo cerámico se debe a distintos mecanismos que pueden separarse en dos grupos: aquellos relacionados con los cambios microestructurales inducidos en la matriz por la presencia de las partículas cerámicas y aquellos relacionados con la transferencia de carga de la matriz a los refuerzos (Derby et al 1988, Miller et al 1990 y 1991, Wu et al 1992 y Lloyd 1994a).

Desde un punto de vista microestructural deben considerarse tres mecanismos de endurecimiento en los MCM. El endurecimiento de Orowan causado por las mismas partículas cerámicas; el endurecimiento provocado por la generación de dislocaciones en la interfase partícula-matriz, y el endurecimiento por reducción del tamaño de grano (Miller et al 1990 y 1991 y Wu et al 1992).

El endurecimiento de Orowan se produce por la resistencia que ofrecen las partículas cerámicas al paso de dislocaciones. El material endurece según la expresión (Dieter 1988):

$$\Delta\sigma_y = 2Gb / \lambda \quad (2.3)$$

donde  $G$  es el módulo de deformación transversal del material,  $b$  el vector de burgers y  $\lambda$  es la distancia entre partículas. Este mecanismo es prácticamente despreciable para materiales con refuerzos mayores de  $1 \mu\text{m}$ , como es el caso habitual en MCMM.

Como se ha indicado al describir la microestructura de los MCMM, la densidad de dislocaciones observada en los compuestos es dos órdenes de magnitud superior a la encontrada en las aleaciones sin reforzar en condiciones similares. El incremento en la densidad de dislocaciones disminuye su recorrido libre medio y dificulta su deslizamiento al interaccionar unas con otras. El incremento del límite elástico debido a este mecanismo se puede estimar como (Dieter 1988):

$$\Delta\sigma_y = \alpha G b \sqrt{\Delta\rho} \quad (2.4)$$

donde  $\alpha$  es una constante comprendida entre 0.5 y 1 y  $\Delta\rho$  el incremento en la densidad de dislocaciones del material. Para los valores de  $G$  y  $b$  característicos de las aleaciones de aluminio y considerando  $\Delta\rho=10^{14} \text{ m}^{-2}$ , se obtiene un límite superior del endurecimiento provocado por el aumento en la densidad de dislocaciones comprendido entre 37 MPa y 74 MPa. Estos valores son realistas en materiales donde la interacción entre dislocaciones es el principal mecanismo de endurecimiento. Por el contrario, en matrices donde existen otros obstáculos al deslizamiento de dislocaciones este mecanismo de endurecimiento es mucho menos importante. Por ejemplo, en matrices con una distribución homogénea de precipitados incoherentes, o semicoherentes, el recorrido libre medio de las dislocaciones vendrá dado por la distancia entre los precipitados que anclan las dislocaciones más que por la densidad de estas últimas.

La microestructura final de los MCMM se distingue de las correspondientes aleaciones sin reforzar por un tamaño medio de grano más fino. Esta diferencia microestructural endurece los MCMM de acuerdo con el mecanismo de Hall-Petch (Dieter 1988), que proporciona una relación entre el límite elástico,  $\sigma_y$ , y el tamaño medio de grano,  $D_g$ :

$$\sigma_y = \sigma_{y0} + kD_g^{-1/2} \quad (2.5)$$

donde  $\sigma_{y0}$  representa la resistencia del cristal al movimiento de dislocaciones en ausencia de fronteras de grano, y  $k$  representa la contribución relativa de las fronteras de grano al endurecimiento del material. En las aleaciones de aluminio la constante  $k$  tiene un valor típico del orden de  $0.1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Por lo tanto, el endurecimiento de la matriz debido al mecanismo de Hall-Petch resulta despreciable para valores del tamaño de grano superiores a  $10 \mu\text{m}$ , y constituye una contribución importante cuando el tamaño medio de grano se reduce por debajo de  $6 \mu\text{m}$  (Miller et al 1990 y 1991 y Lloyd 1994a).

Los MCMM también endurecen por la transferencia de carga de la matriz a los refuerzos, que se puede explicar dentro del marco de la mecánica de medios continuos. La transferencia de carga se produce a través de la intercara. Por tanto, una condición necesaria para que aumente la resistencia mecánica de los MCMM es que la intercara tenga resistencia suficiente para transferir la carga efectivamente de la matriz al refuerzo. El refuerzo cerámico se mantiene en régimen elástico durante la deformación plástica del compuesto y, debido a su elevada rigidez, absorbe una carga importante. Además, durante la deformación plástica aparecen en la matriz tensiones hidrostáticas elevadas como consecuencia de la constricción impuesta por las partículas cerámicas. Estas tensiones aumentan la carga necesaria para producir la deformación plástica de la matriz y contribuyen de manera importante al endurecimiento del compuesto. Finalmente, la transferencia de carga es más efectiva cuanto más alargados sean los refuerzos y, por tanto, la resistencia mecánica es mayor en materiales reforzados con *whiskers*.

La deformación plástica macroscópica observada en los MCMM aparece por la plastificación de la matriz. La distribución de tensiones en la matriz no es homogénea, de tal manera que en la vecindad del refuerzo aparecen tensiones mayores y la plastificación comienza en esa zona, en ocasiones para tensiones aplicadas al material inferiores al límite elástico de la aleación. Este fenómeno de plastificación local en la vecindad del

refuerzo da lugar a una disminución en el límite de proporcionalidad de los MCMM (Papazian et al 1990). Sin embargo, la deformación plástica global observada en los MCMM no aparece con esta deformación plástica local sino cuando la deformación media de la matriz es suficientemente alta. Desde el punto de vista de la mecánica de los medios continuos esto significa que las diferentes zonas plastificadas localmente deben estar conectadas (Clyne et al 1993 y Shi et al 1994).

La distribución de tensiones en la matriz y el refuerzo se ha estudiado a través de distintos modelos que pueden dividirse en tres grupos. Modelos basados en el método de la inclusión equivalente de Eshelby (Arsenault et al 1987 y Taya et al 1989), modelos basados en la transferencia de carga por cizalla de la matriz a las partículas (Nardone et al 1986 y LLorca 1995) y aquellos que utilizan el análisis por elementos finitos de una celda unidad representativa del material compuesto (Christman et al 1989, Tveergard 1990, Levy et al 1990, Hutchinson et al 1993 y Justice et al 1996).

La principal ventaja que presentan los modelos basados en la transferencia de carga por cizalla es que proporcionan expresiones analíticas de la tensión que aparece en el refuerzo. Sin embargo no permiten estudiar la evolución de las tensiones y deformaciones en el refuerzo y la matriz durante la deformación del material, y tampoco permiten analizar el comportamiento mecánico de los MCMM cuando aparecen descargas.

Los métodos basados en la inclusión equivalente de Eshelby se fundamentan en la teoría de la elasticidad y estudian la deformación plástica de la matriz como un comportamiento elástico no lineal. Esta aproximación no es aplicable para analizar el comportamiento de los MCMM cuando se someten a descargas, y por tanto no pueden extenderse al estudio del comportamiento bajo carga cíclica de los compuestos.

Los modelos que utilizan la técnica de los elementos finitos suponen que el material compuesto se puede representar como una red periódica

tridimensional de prismas hexagonales. Utilizando las condiciones de contorno adecuadas se puede estudiar el comportamiento de toda la red mediante el análisis de una sola celda. Una ventaja de esta técnica es que permite estudiar la evolución de las tensiones y deformaciones locales en la matriz y el refuerzo durante la deformación. Además, es posible estudiar el comportamiento bajo carga cíclica de los compuestos porque la matriz se puede modelizar como un sólido elastoplástico.

La influencia de la fracción volumétrica de refuerzo en el comportamiento plástico de los MCMM se ha estudiado a través del método de los elementos finitos (Levy et al 1990, Llorca et al 1991 y Hutchinson et al 1993). Los resultados muestran un aumento de la resistencia mecánica de los compuestos con el aumento del contenido de refuerzo. Este incremento de la resistencia es máximo en materiales reforzados con *whiskers* y mínimo cuando los refuerzos son esféricos, quedando con valores intermedios los materiales reforzados con partículas. El nivel de tensiones hidrostáticas desarrolladas en la vecindad del refuerzo es mínimo en materiales reforzados con partículas esféricas y, por tanto, el endurecimiento provocado por el refuerzo es menor.

La distribución espacial del refuerzo también influye en la resistencia mecánica de los MCMM. Para estudiar este efecto se han elaborado modelos basados en la inclusión equivalente de Eshelby (Corbin et al 1994a, 1994b y 1994c) y en el método de los elementos finitos (Bao et al 1991a y 1991b y Hutchinson et al 1993). Ambos tipos de análisis señalan que la resistencia de los MCMM aumenta frente a una distribución homogénea cuando aparecen zonas ricas y zonas pobres en refuerzo dentro de la matriz. Este comportamiento es debido a que el nivel de tensiones hidrostáticas aumenta al aparecer agrupaciones de refuerzos. Si la densidad de refuerzo concentrado en agrupaciones de partículas continúa aumentando, manteniendo constante la fracción volumétrica de refuerzo en el compuesto, la resistencia del MCMM alcanzará un máximo a partir del cual disminuye hasta alcanzar el valor obtenido cuando la distribución es homogénea. Sin embargo, la aparición de agrupaciones de partículas, que resulta beneficiosa para la resistencia del

compuesto, acelera algunos mecanismos de rotura característicos de los MCMM disminuyendo la ductilidad.

El aumento de la resistencia mecánica de los MCMM no es tan importante a temperaturas elevadas (Lloyd 1994a y 1994b y Zhao et al 1994). Las propiedades mecánicas de la matriz se degradan y los mecanismos de transferencia de carga se hacen menos efectivos. De este modo la resistencia del compuesto está controlada por la resistencia de la matriz a alta temperatura. Aunque se mantiene cierta mejora en la resistencia mecánica de los compuestos, las diferencias con la respuesta mecánica de las aleaciones sin reforzar se reducen notablemente. Un modo de mantener el límite elástico y la resistencia a tracción de los MCMM a elevadas temperaturas es aumentar el contenido de refuerzo y reducir el tamaño de las partículas cerámicas. De este modo el endurecimiento de Orowan, que se mantiene a altas temperaturas, se hace importante. Sin embargo, la ductilidad se reduce al elevar el porcentaje de partículas de refuerzo (Lloyd 1994a).

### **2.3.2 Comportamiento bajo carga cíclica**

Cuando un material se solicita cíclicamente, manteniendo constante la amplitud de deformación, las tensiones necesarias para alcanzar la deformación impuesta varían a lo largo del proceso de deformación cíclica. Este estado transitorio constituye la respuesta cíclica del material. Durante esta etapa el material puede endurecer o ablandar, aumentando o disminuyendo las tensiones que en él aparecen para mantener la deformación impuesta. Tras este estado transitorio se alcanza una tensión de saturación. La representación de la semiamplitud de la tensión de saturación frente a la semiamplitud de deformación impuesta constituye la curva tensión-deformación cíclica del material (Laird 1975, Dieter 1988 y Suresh 1991). La respuesta cíclica y la curva tensión-deformación cíclica de varios MCMM han sido estudiadas recientemente por varios autores (Vyletel et al 1991, 1993 y 1995a, LLorca et al 1992 y LLorca 1994a).

El comportamiento bajo carga cíclica es muy sensible a los factores microestructurales. Al estudiar la respuesta cíclica de los MCMM es importante tener en cuenta los cambios microestructurales que aparecen en la matriz por efecto del refuerzo cerámico. La presencia en el material de precipitados cizallables o no cizallables por dislocaciones da lugar a diferentes mecanismos de deformación cíclica, que se corresponden con estructuras de dislocaciones distintas en cada caso.

Las aleaciones endurecidas por precipitados coherentes, cizallables por dislocaciones, endurecen rápidamente durante la deformación cíclica. Al continuar los ciclos de deformación puede aparecer una región de endurecimiento más lento y en algunos casos es posible observar una región de ablandamiento antes de producirse la rotura. El endurecimiento observado en este tipo de aleaciones se justifica por el incremento en la densidad de dislocaciones y la posterior interacción entre ellas. Al proseguir la deformación del material, las dislocaciones forman bandas de deformación o bandas de deslizamiento persistentes a medida que cizallan los precipitados. El ablandamiento observado en algunos casos suele justificarse por la redisolución de los precipitados coherentes tras ser cizallados repetidamente (Calabrese et al 1974a y Laird 1975).

Las aleaciones endurecidas por precipitados incoherentes, no cizallables por dislocaciones, presentan normalmente una respuesta cíclica estable. Las dislocaciones se sitúan en la intercara de los precipitados que actúan como barreras que impiden su propagación a lo largo del cristal, de este modo no se produce un endurecimiento adicional por la interacción entre dislocaciones (Calabrese et al 1974b y Laird 1975).

El comportamiento de los MCMM en función de la naturaleza de los precipitados presentes en la matriz es similar al descrito, y aparecen estructuras de dislocaciones similares. Sin embargo, la presencia del refuerzo cerámico puede alterar la microestructura de la matriz y este efecto debe tenerse en cuenta al comparar la respuesta cíclica de los compuestos con las correspondientes aleaciones sin reforzar (Vyletel et al 1991, 1993, 1995a y 1995b y Allison et al 1993). En particular, las tensiones de saturación de los compuestos son superiores a las encontradas en las

correspondientes aleaciones sin reforzar. La curva tensión deformación cíclica queda por tanto en valores de tensión superiores a los encontrados en las aleaciones sin reforzar (Allison et al 1993 y LLorca 1994a).

Al comparar las curvas tensión-deformación monótona y cíclica de los MCMM aparece una influencia importante de los tratamientos térmicos. En materiales envejecidos a temperatura ambiente se aprecia un endurecimiento importante por deformación cíclica, mientras que los materiales envejecidos a alta temperatura tienen un comportamiento estable o incluso puede apreciarse ablandamiento por deformación cíclica (LLorca 1994a, Poza et al 1995a y LLorca et al 1995a).

Como se ha dicho más arriba, los precipitados coherentes aparecen durante el madurado a temperatura ambiente y los incoherentes a alta temperatura. La naturaleza de los precipitados presentes en el material influye considerablemente en su respuesta cíclica. Al igual que en las aleaciones sin reforzar, la presencia de precipitados coherentes, cizallables por dislocaciones, provoca un endurecimiento por deformación cíclica debido a la interacción entre dislocaciones. Por el contrario al aparecer precipitados incoherentes, no cizallables, las dislocaciones quedan atrapadas en la intercara del precipitado y no se observa endurecimiento por deformación cíclica.

La respuesta cíclica y la curva tensión-deformación cíclica de los MCMM también pueden entenderse a partir de la mecánica de los medios continuos. En este sentido, el análisis por el método de los elementos finitos de una celda unidad representativa del compuesto se ha utilizado para estudiar el comportamiento mecánico bajo carga cíclica de los MCMM (LLorca et al 1992 y LLorca 1994b).

Estos análisis han mostrado la acumulación de las deformaciones plásticas en la matriz durante el proceso de deformación cíclica de los compuestos. Estas deformaciones plásticas inicialmente se concentran en la intercara matriz-refuerzo, extendiéndose progresivamente a toda la matriz al sucederse los ciclos de deformación. El endurecimiento por

deformación plástica acumulada en la matriz a lo largo del proceso se traduce en un endurecimiento cíclico del compuesto, y los MCMM alcanzan la tensión de saturación cuando la matriz agota su capacidad de endurecimiento por deformación. El endurecimiento por deformación cíclica de los MCMM será tanto mayor cuanto mayor sea la capacidad de endurecimiento por deformación de la matriz (LLorca et al 1992 y LLorca 1994b). La capacidad de endurecimiento durante la deformación plástica de los materiales envejecidos a temperatura ambiente es superior a la de los materiales envejecidos a alta temperatura, como consecuencia de la distinta naturaleza de los precipitados, y esta diferencia se refleja en el endurecimiento por deformación cíclica de los primeros y la respuesta estable de los segundos.

## 2.4. MECANISMOS DE ROTURA

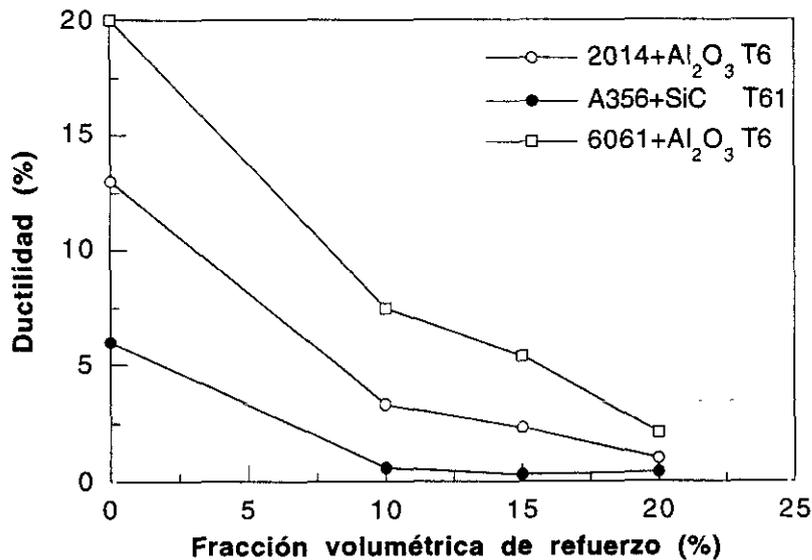


Figura 2.6: Variación de la ductilidad con el contenido de refuerzo (Lloyd 1994a).

Las principales limitaciones que presentan los MCMM para su utilización como materiales estructurales son su reducida ductilidad y tenacidad de fractura (Lloyd 1991 y Lloyd 1994a). La ductilidad de los MCMM

disminuye claramente al aumentar el contenido de refuerzo como se muestra en la figura 2.6.

Por estos motivos el estudio de los mecanismos de rotura dominantes en los MCMM presenta un interés relevante. El efecto fragilizador del refuerzo en las aleaciones de aluminio se ha observado como norma general en los MCMM (Lloyd 1991, Singh et al 1993, Derby et al 1993, LLorca et al 1993 y 1994 y Lloyd 1995 ).

En este apartado se revisan los mecanismos de rotura dominantes en los MCMM cuando se someten a la acción de cargas monótonas y cíclicas.

#### **2.4.1 Rotura bajo carga monótona**

La rotura de los MCMM tiene lugar por un proceso de nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos (Van Stone et al 1985). La nucleación de cavidades en el material puede producirse por rotura dúctil de la matriz, por decohesión de la intercara matriz-refuerzo o bien por rotura frágil del refuerzo cerámico (LLorca et al 1991, Lloyd 1991, Needleman et al 1993 y Derby et al 1993 y 1995).

La rotura dúctil de la matriz es el mecanismo de rotura observado en MCMM basados en aleaciones donde aparecen intermetálicos con un tamaño del orden de varias micras. Estas fases normalmente aparecen como consecuencia de la presencia de impurezas como hierro en la composición de la matriz y son lugares preferentes para la nucleación de cavidades. La presencia de otras partículas de tamaño menor en la microestructura de la matriz, como dispersoides o precipitados endurecedores, favorece la nucleación de cavidades en torno a las fases de mayor tamaño y su posterior crecimiento y coalescencia. El crecimiento de los huecos nucleados en la matriz se favorece por la constricción impuesta por el refuerzo cerámico que aumenta el nivel de tensiones hidrostáticas (LLorca et al 1991 y Needleman et al 1993).

La decohesión de la intercara matriz-refuerzo es el mecanismo de rotura observado habitualmente en MCMC reforzados con *whiskers*. Los extremos de los *whiskers* actúan como concentradores de tensiones, y aparecen deformaciones plásticas elevadas y fuertes tensiones hidrostáticas que facilitan la formación de cavidades en los extremos de los *whiskers* (Christman et al 1989 y Needleman et al 1993). Este mecanismo de rotura también se ha observado en materiales compuestos reforzados con partículas de tamaño pequeño (Derby et al 1995) y en MCMC reforzados con partículas y ensayados a alta temperatura (Zhao et al 1994 y Poza et al 1996). La decohesión del refuerzo también está influida por los procesos de precipitación en el material. La aparición de fases estables en la intercara matriz-refuerzo favorece la nucleación de huecos en los extremos del refuerzo. Por otra parte la generación de ZLP en la intercara favorece la rotura de la matriz cerca de la intercara (Needleman et al 1993). Estas zonas constituyen una región más débil alrededor de los refuerzos que favorece la formación de cavidades.

El mecanismo de rotura observado normalmente en materiales compuestos reforzados con partículas y ensayados a temperatura ambiente ha sido la rotura frágil del refuerzo cerámico (Lloyd 1991, Singh et al 1993, LLorca et al 1993 y 1994a). Las tensiones que actúan sobre el refuerzo durante la deformación del material llegan a superar la resistencia mecánica de las partículas cerámicas, produciéndose la rotura frágil del refuerzo antes de aparecer cavidades en la intercara partícula-matriz (Lloyd 1991, Singh et al 1993, LLorca et al 1993 y 1994a).

Las partículas de mayor tamaño se rompen con más frecuencia que aquellas más pequeñas, debido a que al aumentar el tamaño de la partícula en su interior aparecen defectos mayores que reducen la resistencia mecánica (Lloyd 1991 y LLorca et al 1993). Como consecuencia, al reducir el tamaño del refuerzo las tensiones que actúan sobre las partículas cerámicas pueden no ser suficientes para provocar su fractura frágil y el mecanismo de rotura observado en materiales reforzados con partículas de tamaño pequeño es la decohesión de la intercara matriz-refuerzo (Derby et al 1995).

La forma de las partículas cerámicas también influye en el proceso de rotura. Aquellos refuerzos más alargados, con un factor de forma elevado, se rompen más fácilmente que otros de forma redondeada. Este comportamiento refleja que la transferencia de carga de la matriz al refuerzo resulta más eficiente al aumentar el factor de forma (LLorca et al 1993 y Lloyd 1995).

Las zonas formadas por agrupaciones de partículas, donde aparecen altas densidades de refuerzo, son regiones preferentes para la nucleación de cavidades, tanto por decohesión como por rotura de los refuerzos. En estas zonas la constricción impuesta por el refuerzo es más elevada por la alta densidad de partículas, y como consecuencia, las tensiones locales que actúan sobre el refuerzo son más elevadas (Lloyd 1991 y 1995 y Somerday 1994). Por otra parte, las zonas formadas por agrupaciones de partículas suelen presentar problemas de adherencia entre la matriz y el refuerzo o de porosidad en la matriz, debido a las dificultades de infiltración de la matriz durante el procesado (Lloyd 1994a).

La rotura final de los MCMM se produce por la coalescencia de los huecos nucleados a través de la matriz (Lloyd 1991 y 1995 y LLorca et al 1994a). Este proceso está controlado por los mecanismos de rotura propios de la matriz, fuertemente influidos por su microestructura (Derby et al 1993). La nucleación de huecos secundarios en la aleación acelera el proceso de coalescencia. En aquellas matrices donde aparecen intermetálicos, que actúan como lugares preferentes para la nucleación de huecos, la etapa final del proceso de rotura en los MCMM comienza para valores inferiores de la deformación reduciendo la ductilidad (Lloyd 1991 y LLorca et al 1991)

#### **2.4.2 Rotura bajo carga cíclica**

Cuando un material se somete a la acción de cargas cíclicas, la rotura se produce para valores de la tensión inferiores a los que provocan la rotura del material cuando se solicita bajo carga monótona.

Cuando los MCMM se someten a ciclos de amplitud de deformación elevada, la rotura se produce bruscamente mediante mecanismos similares a los descritos al analizar la rotura bajo carga monótona: rotura dúctil de la matriz, decohesión de la intercara matriz-refuerzo o bien rotura frágil del refuerzo cerámico. La rotura dúctil de la matriz ha sido descrita en materiales basados en aleaciones con una población importante de intermetálicos de tamaño grande (LLorca et al 1992), mientras que en aleaciones reforzadas con *whiskers* normalmente se ha observado daño por decohesión en los extremos del refuerzo donde aparece una alta concentración de deformaciones plásticas (Allison et al 1993). En el caso de aleaciones comerciales reforzadas con partículas cerámicas, el mecanismo dominante de rotura ha sido la fractura de los refuerzos cerámicos (Allison et al 1993, Poza et al 1995a y 1995b y LLorca et al 1995a).

Cuando las amplitudes de deformación son reducidas el número de ciclos necesarios para producir la rotura del material,  $N_t$ , es la suma de los ciclos necesarios para nuclear una grieta,  $N_i$ , más los ciclos necesarios para propagar esa grieta hasta rotura,  $N_p$ :

$$N_t = N_i + N_p \quad (2.6)$$

La propagación de grietas por fatiga no ha sido objeto de análisis en esta tesis doctoral. Este proceso se estudia con técnicas basadas en la mecánica de la fractura (Broek 1983, Elices 1991 y Suresh 1991) ensayando probetas fisuradas y midiendo la velocidad de propagación de la grieta,  $da/dN$ , en función de la amplitud del factor de intensidad de tensiones,  $\Delta K$ . Aunque los estudios realizados sobre MCMM no permiten alcanzar conclusiones definitivas, la resistencia a la propagación de grietas por fatiga normalmente mejora con respecto a las correspondientes aleaciones sin reforzar cuando  $\Delta K$  es reducido (Knowles et al 1991a, 1991b y 1992, y LLorca et al 1994b).

La iniciación de grietas por fatiga se estudia ensayando probetas lisas sometidas a ciclos de deformación donde se mantiene la amplitud de

tensión o de deformación constante (Suresh 1991). En los MCMM la rotura por fatiga se inicia en el refuerzo, bien por rotura frágil de las partículas cerámicas o bien por decohesión de la intercara. Un lugar preferente para la iniciación de grietas son las zonas formadas por agrupaciones de partículas. Como se ha indicado anteriormente estas zonas suelen presentar problemas de adherencia entre la matriz y el refuerzo o de porosidad en la matriz (Allison et al 1993).



## Capítulo 3

# CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

El presente capítulo comienza introduciendo los materiales que se han estudiado en esta tesis doctoral. A continuación se describen las técnicas experimentales empleadas para su caracterización microestructural. Finalmente se presentan los resultados del análisis microestructural de los materiales estudiados: estructura de los granos, geometría del refuerzo y estructura de los precipitados.

### 3.1 MATERIALES

En esta tesis doctoral se ha estudiado una aleación comercial basada en el sistema Al-Li, denominada Al 8090, reforzada en un 15% en volumen con partículas de SiC. Paralelamente se analizó la aleación sin reforzar para evaluar el efecto del refuerzo en el comportamiento del material. Tanto el compuesto como la aleación sin reforzar se fabricaron por la técnica de Osprey o deposición por pulverización (*spray deposition*)<sup>1</sup>. Ambos materiales fueron suministrados por Cospray (Reino Unido) en forma de barras extruidas con una sección de 25 mm X 62.5 mm. Las composiciones químicas de la matriz del MCM y la aleación sin reforzar, suministradas por el fabricante y expresadas en % en peso, aparecen en la tabla 3.1.

---

<sup>1</sup> La técnica de Osprey es un proceso de solidificación rápida. El metal fundido se atomiza a gran velocidad en atmósfera inerte (nitrógeno o argón) transformándose en gotas que son dirigidas sobre un sustrato donde se depositan. Las partículas de refuerzo se proyectan junto con el metal atomizado sobre el sustrato (Willis 1988).

Tabla 3.1: Composición química de los materiales estudiados.

	Li	Cu	Mg	Zr	Ti	Fe	Si	Al	SiC (% en peso)
Aleación	2.38	0.99	0.81	0.12	0.023	0.04	0.03	Balance	-
Compuesto	2.32	1.21	0.82	0.10	0.036	0.05	0.06	Balance	17.3

El material compuesto y la aleación se recibieron en la condición de madurado artificial T651 que les confiere la máxima resistencia. Para obtener esta condición las barras fueron tratadas a 530 °C tras la extrusión, templadas en agua y deformadas un 2% para eliminar las tensiones residuales introducidas durante el temple. Este proceso fue seguido de la maduración artificial a 170 °C durante 32 horas para el material compuesto y durante 48 horas para la aleación sin reforzar. Parte del material recibido fue de nuevo tratado a 530 °C durante dos horas, templado en agua y madurado de forma natural a temperatura ambiente, alcanzando la condición T4.

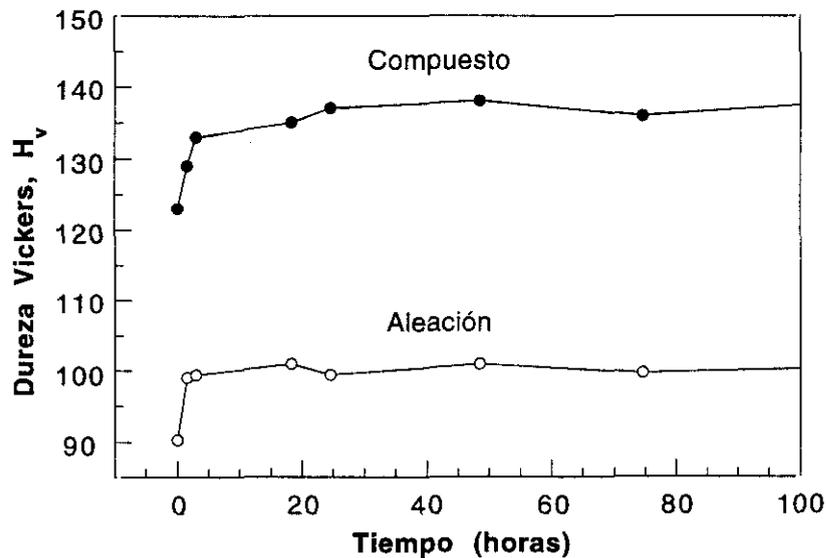


Figura 3.1: Endurecimiento de los materiales estudiados durante el proceso de maduración a temperatura ambiente.

Durante el proceso de maduración a temperatura ambiente se controló el endurecimiento de los materiales midiendo la dureza Vickers de la aleación y el compuesto. Se empleó un microdurómetro con una carga aplicada de 1Kg. La evolución de la dureza Vickers,  $H_v$ , con el tiempo de maduración aparece en la figura 3.1. El máximo

endurecimiento aparece rápidamente en ambos materiales sin observarse que el proceso de maduración sea más rápido en el material compuesto. Este resultado es consistente con el desarrollo de precipitados coherentes durante la maduración a temperatura ambiente, cuya nucleación no se ve afectada por la mayor densidad de dislocaciones en el material compuesto (ver apartado 3.5.2).

### 3.2 TÉCNICAS EXPERIMENTALES

La caracterización microestructural de los materiales comenzó por el estudio metalográfico<sup>2</sup>. Las muestras del MCMM y de la aleación sin reforzar, en direcciones paralela y perpendicular a la de extrusión, en primer lugar se embutieron en resina. Las probetas de material compuesto se desbastaron con lijas de SiC de grano decreciente hasta 500 grit, a continuación se pulieron con pasta de diamante de 9  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  y 1  $\mu\text{m}$ , y finalmente con MgO. La preparación metalográfica de la aleación sin reforzar fue similar, aunque la etapa de pulido con pasta de diamante de 9  $\mu\text{m}$  se sustituyó por otra etapa con pasta de diamante de 6  $\mu\text{m}$ . Tras el proceso de pulido las muestras se limpiaron en un baño de ultrasonidos en agua desionizada, en butanona y finalmente en etanol.

Las probetas de la aleación y del compuesto se atacaron durante 30 segundos con el reactivo Keller (0.5% HF, 1.5% HCl y 2.5% HNO<sub>3</sub>) para revelar su microestructura y evaluar el tamaño medio de grano (Metals Handbook vol. 8). Las muestras se observaron mediante técnicas de microscopía óptica y electrónica de barrido<sup>3</sup>. El tamaño de grano se estimó utilizando el método de Heyn, o método de las intersecciones, según las recomendaciones de la norma americana ASTM-E112 (1988).

---

<sup>2</sup> Todos los procesos de desbastado y pulido descritos a continuación se realizaron en una pulidora automática STRUERS ABRAMIN.

<sup>3</sup> Se utilizaron un microscopio óptico NIKON y un microscopio electrónico de barrido JEOL-JSM-6300 provisto de un sistema de microanálisis de rayos X (EDX).

El estado del refuerzo en el material de partida así como sus características geométricas se estudiaron sobre muestras pulidas del compuesto sin atacar. Se analizaron más de 1300 partículas en cada tratamiento térmico mediante un sistema de análisis de imagen controlado por ordenador.

Los precipitados presentes en el compuesto y en la aleación sin reforzar, en los dos tratamientos térmicos considerados, se estudiaron mediante técnicas de microscopía electrónica de transmisión. Se cortaron láminas orientadas en un plano paralelo a la dirección de extrusión mediante una sierra de hilo de diamante, con objeto de minimizar el daño introducido en las muestras. La preparación de las probetas comenzó por una etapa de adelgazamiento mecánico mediante lijas de SiC de grano decreciente hasta 1000 grit, y posterior pulido con pasta de diamante de 6  $\mu\text{m}$ . De este modo se obtuvieron láminas de 100  $\mu\text{m}$  de espesor, y a partir de ellas se cortaron discos de 3 mm de diámetro. La etapa final de adelgazamiento de las muestras de aleación se realizó mediante un equipo de pulido electrolítico STRUERS TENUPO-3 utilizando una disolución con un 30% de  $\text{HNO}_3$  y 70% de metanol a una temperatura aproximada de  $-30^\circ\text{C}$ . El proceso final de adelgazamiento de las muestras de material compuesto se realizó por bombardeo de iones argón en un dispositivo GATAN operando a una diferencia de potencial de 2 KV y con una corriente de 2 mA, donde la muestra estaba refrigerada con nitrógeno líquido. Finalmente las muestras se estudiaron en el microscopio electrónico de transmisión<sup>4</sup>.

### 3.3 ESTRUCTURA DE LOS GRANOS

La microestructura de la aleación sin reforzar resultó ser anisótropa como resultado del proceso de extrusión del material. En la dirección paralela al eje de extrusión, L, (figura 3.2a) los granos alcanzaron longitudes del

---

<sup>4</sup> Se utilizaron los microscopios electrónicos JEOL-2000-FX y PHILIPS CM-20, ambos operando a un potencial de 200 KV.

orden de 1 mm. En el plano perpendicular los granos también presentaron cierta anisotropía, resultando que el tamaño medio de grano en la dirección transversal corta, S, resultó ser 8  $\mu\text{m}$ , mientras que en la dirección transversal larga, T, se alcanzaron 21  $\mu\text{m}$  (figura 3.2b).

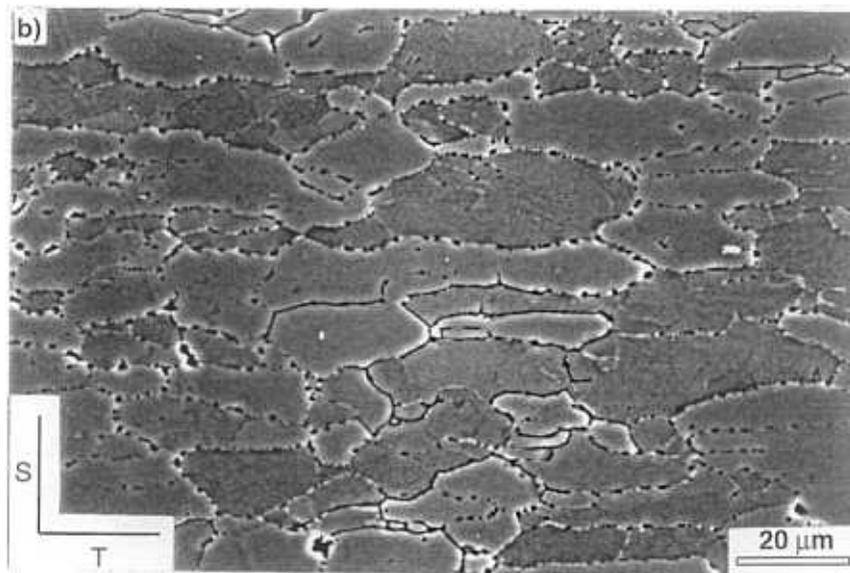
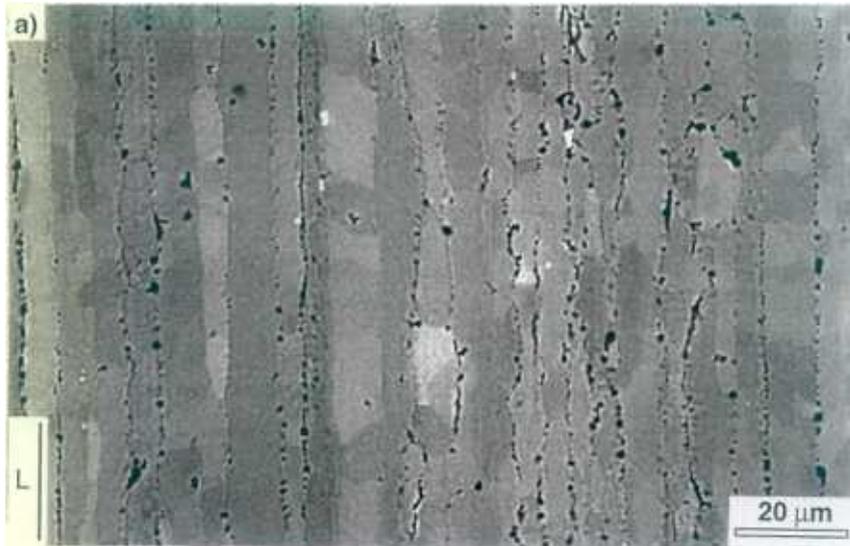


Figura 3.2: Superficies pulidas y ligeramente atacadas de la aleación sin reforzar en la condición T651. a) Sección paralela a la dirección de extrusión en contraste de electrones retrodispersados. b) Sección normal a la dirección de extrusión en contraste de electrones secundarios.

La microestructura del material compuesto resultó menos anisótropa y el tamaño de grano fue más fino por efecto de la presencia del refuerzo cerámico. En la dirección de extrusión el tamaño medio de grano fue  $12\ \mu\text{m}$  (figura 3.3a), y en la sección transversal los granos fueron equiaxiales con un tamaño medio de  $6\ \mu\text{m}$  (figura 3.3b).

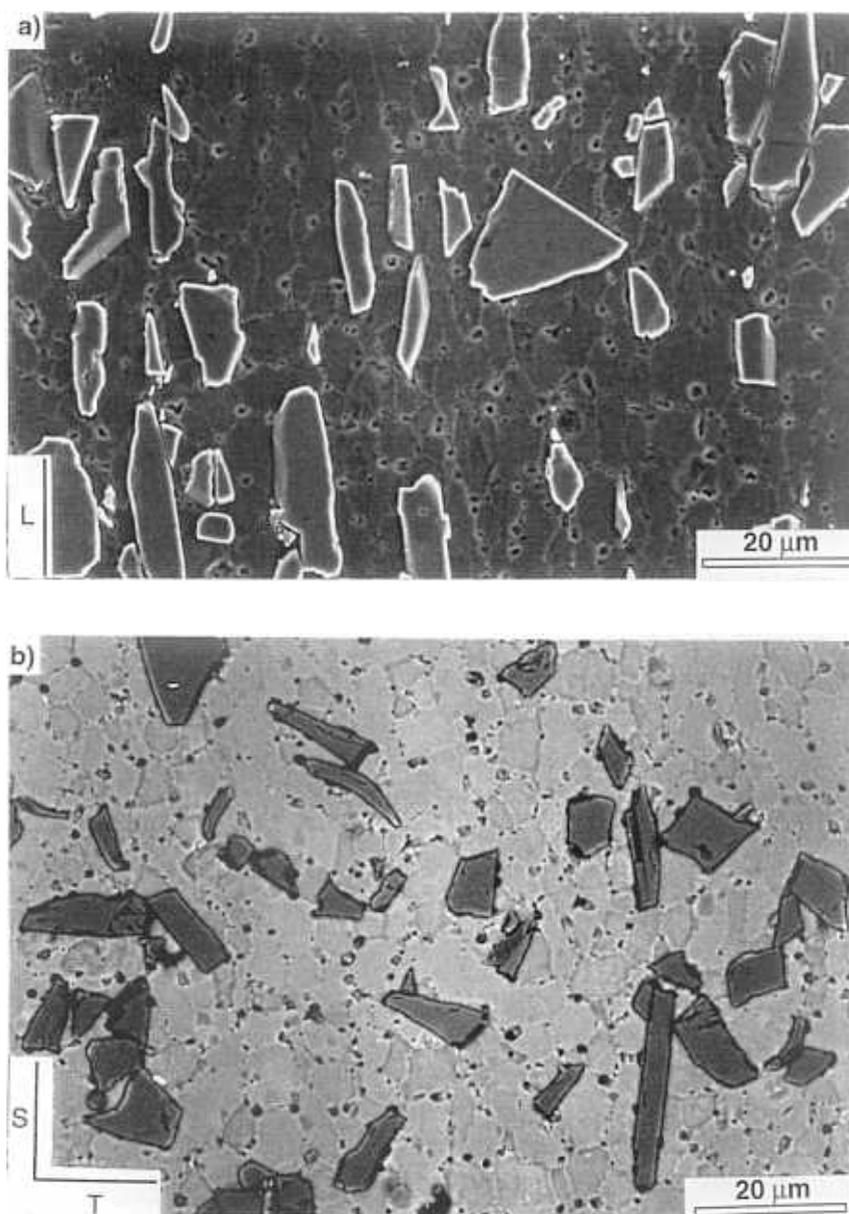


Figura 3.3: Superficies pulidas y ligeramente atacadas del material compuesto en la condición T651. a) Sección paralela a la dirección de extrusión en contraste de electrones secundarios. b) Sección normal a la dirección de extrusión en contraste de electrones retrodispersados.

Al realizar el estudio metalográfico de la aleación y el material compuesto se observaron algunas inclusiones ricas en hierro, según el microanálisis de rayos X. Su tamaño era del orden de  $1\mu\text{m}$  y aparecían muy raramente en los materiales estudiados. Puede tratarse del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Fe}$  observado en la aleación Al 8090 (Liu et al 1992 y 1993 y Kumar et al 1993). Los análisis posteriores demostraron que estas inclusiones no influyeron en los mecanismos de deformación y rotura de la aleación y del MCM.

### 3.4 ANÁLISIS DEL REFUERZO

La figura 3.4 muestra el aspecto del refuerzo en el material compuesto con las partículas cerámicas orientadas en la dirección de extrusión. El porcentaje de partículas rotas que se encontró en el material recibido fue inferior al 4% y no se observó ninguna partícula decohesionada de la matriz.

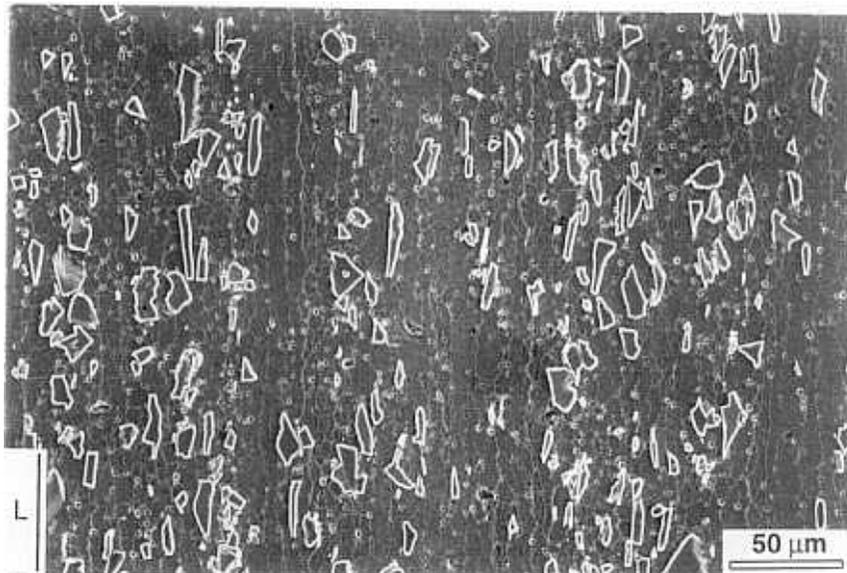


Figura 3.4: Distribución de las partículas de refuerzo en el material compuesto. La micrografía se realizó en contraste de electrones secundarios sobre una superficie pulida y ligeramente atacada en la condición T651.

Tabla 3.2: Características geométricas de las partículas de refuerzo.

Tratamiento	$A \pm DE$ ( $\mu\text{m}^2$ )	$D \pm DE$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_{\text{máx}} \pm DE$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_{\text{mín}} \pm DE$ ( $\mu\text{m}$ )	F.F. $\pm DE$
T651	$64 \pm 47$	$8.0 \pm 2.9$	$12.9 \pm 4.9$	$6.1 \pm 2.6$	$2.3 \pm 1.1$
T4	$59 \pm 41$	$7.7 \pm 2.7$	$13.0 \pm 5.1$	$5.7 \pm 2.3$	$2.5 \pm 1.3$

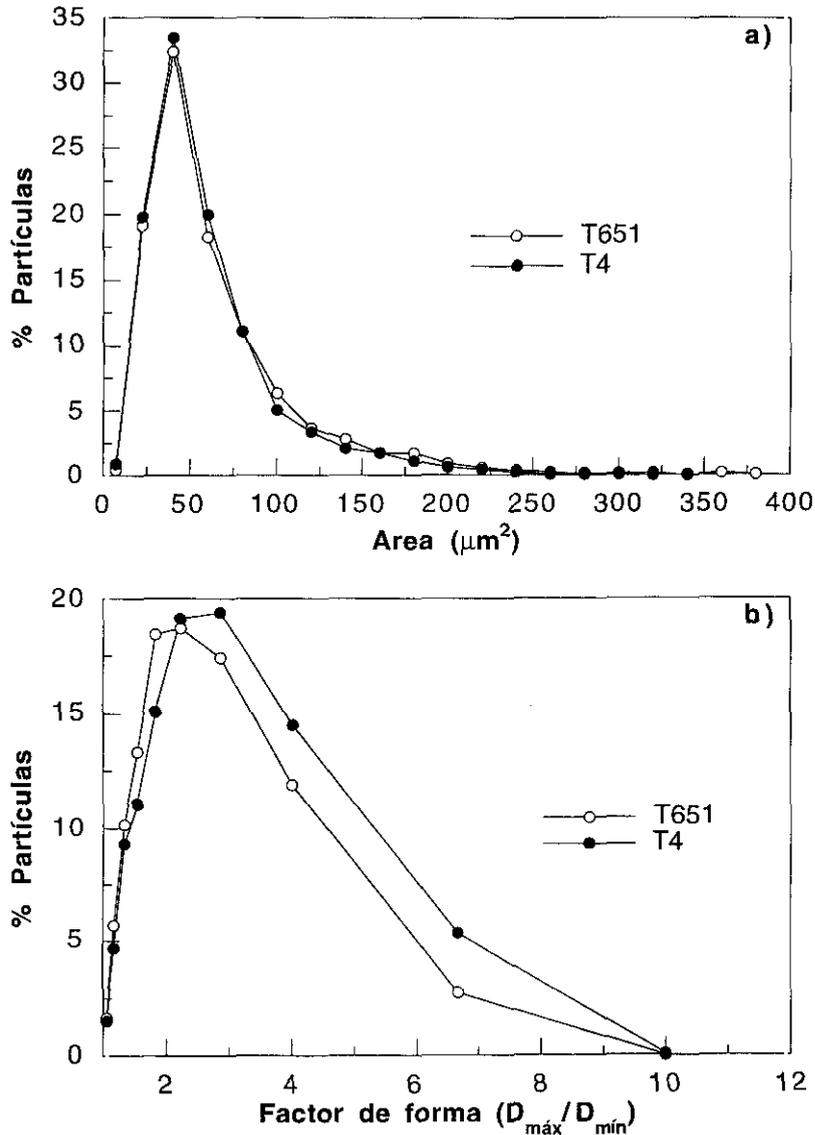


Figura 3.5: Porcentaje de partículas de refuerzo en función del área (a) y del factor de forma (b).

Las características geométricas de las partículas de SiC para los dos tratamientos térmicos se han recogido en la tabla 3.2, donde se incluyen el área ( $A$ ), la longitud característica ( $D$ ) obtenida como raíz cuadrada del área, la dimensión mayor, ( $D_{\text{máx}}$ ), la dimensión menor ( $D_{\text{mín}}$ ) y el factor de forma (F.F) entendido como el cociente entre las dimensiones mayor y

menor de la partícula. Como era de esperar la geometría de las partículas es independiente del tratamiento térmico. La dimensión mayor de las partículas cerámicas apareció orientada en la dirección de extrusión.

La distribución de las partículas cerámicas según su tamaño y forma fue prácticamente idéntica en ambos tratamientos térmicos (figura 3.5). El área del 80% de los refuerzos resultó estar comprendida entre  $22.5 \mu\text{m}^2$  ( $D=4.7 \mu\text{m}$ ) y  $80 \mu\text{m}^2$  ( $D=8.9 \mu\text{m}$ ), aunque se observaron algunas partículas de tamaño igual a  $300 \mu\text{m}^2$  ( $D=17.3 \mu\text{m}$ ) (figura 3.5a). El factor de forma de los refuerzos se mantuvo entre 1.5 y 4 para el 90% de las partículas cerámicas. También se observaron partículas redondeadas con un factor de forma próximo a 1 y refuerzos muy alargados con factores de forma que en algunos casos llegaron a alcanzar valores próximos a 7 (figura 3.5b).

### 3.5 PRECIPITACIÓN

El análisis microestructural mediante microscopía electrónica de transmisión comenzó con los materiales en la condición de madurado artificial T651. Se analizó la microestructura de la aleación sin reforzar, y a continuación se evaluaron los cambios inducidos por la presencia del refuerzo cerámico. Posteriormente se realizó el mismo estudio sobre ambos materiales en la condición de madurado natural T4.

#### 3.5.1 Condición de madurado artificial T651

Como se ha indicado en la introducción, la precipitación de las aleaciones basadas en el sistema Al-Li se caracteriza por la fase  $\delta'$  ( $\text{Al}_3\text{Li}$ ). Este precipitado es una fase metaestable con estructura ordenada  $L1_2$ , coherente con la matriz y de forma esférica. Como era de esperar la fase  $\delta'$  fue el precipitado mayoritario observado en la aleación sin reforzar, que alcanzó un tamaño medio en torno a 25 nm (figura 3.6). La aleación 8090

contiene circonio como elemento refinador del grano que da lugar a la nucleación del dispersoide  $\beta'$  ( $\text{Al}_3\text{Zr}$ ). Las estructuras de las fases  $\beta'$  y  $\delta'$  son muy similares y, por esta razón, los precipitados  $\text{Al}_3\text{Li}$  se nuclean sobre los dispersoides  $\text{Al}_3\text{Zr}$  dando lugar a partículas mixtas  $\beta'/\delta'$ . El tamaño de estas partículas observadas en la aleación fue superior al de las partículas  $\delta'$  libres alcanzando un tamaño medio del orden de 40 nm. Las partículas  $\beta'/\delta'$  se observan en el microscopio electrónico de transmisión con un contraste característico. Al formar imagen en campo oscuro aparece una zona oscura asociada a la fase  $\beta'$  rodeada por una zona brillante que corresponde a la fase  $\delta'$ . Este contraste característico se debe a la desorientación del orden de  $1^\circ$  entre las fases  $\beta'$  y  $\delta'$  (Miller et al 1986) (figura 3.6).

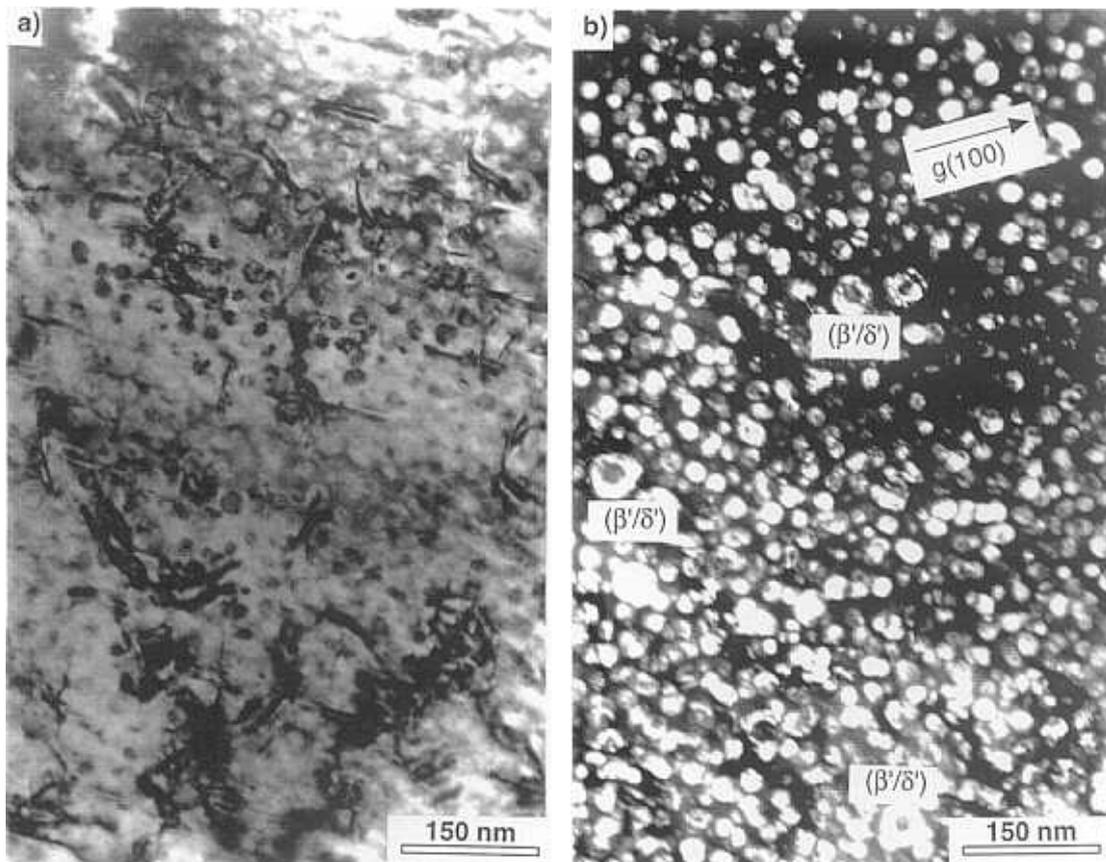


Figura 3.6: Pareja de imágenes campo claro y campo oscuro centrado (CDF) correspondientes a la aleación sin reforzar en la condición T651 y en la orientación  $B=\langle 011 \rangle$ . La imagen de campo oscuro se formó con una de las reflexiones de la estructura  $L_{12}$  característica de la fase  $\delta'$ . a) Campo claro. b) Campo oscuro centrado (CDF) mostrando la distribución de la fase  $\delta'$  y la presencia de partículas mixtas  $\beta'/\delta'$ .

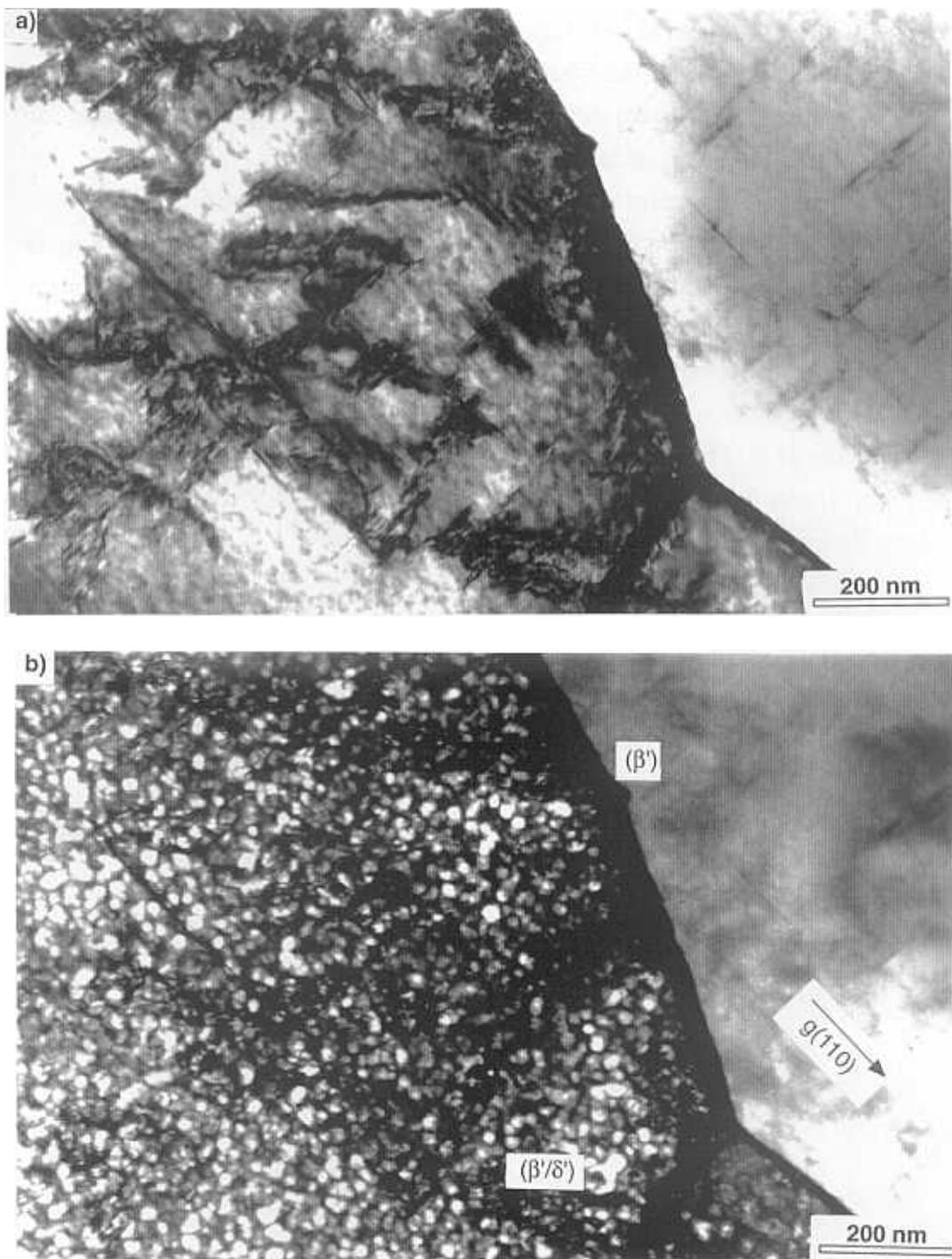


Figura 3.7: Micrografía de la aleación sin reforzar en la condición T651 y en la orientación  $B=\langle 011 \rangle$ , mostrando la precipitación en las fronteras de grano. a) Campo claro. b) Campo oscuro (CDF), donde la imagen se formó con una de las reflexiones de la estructura  $L1_2$  característica de la fase  $\delta'$ .

Como era de esperar, el dispersoide  $\beta'$  apareció en las fronteras de grano de la aleación. No se observaron fases estables en los bordes de grano del material, y tampoco se observaron amplias zonas libres de precipitados  $\delta'$  en la vecindad de las fronteras de grano (figura 3.7). Las dislocaciones en la aleación aparecieron decoradas por otro precipitado, la fase S' ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) (figura 3.7a). Este precipitado es semicoherente con la matriz, tiene estructura ortorrómbica y nuclea en forma de agujas orientadas en las direcciones  $\langle 001 \rangle$  de la matriz de aluminio (figura 3.8). La fase S' precipita heterogéneamente en las dislocaciones, fronteras de grano u otros defectos de la matriz y su presencia no produce la formación de ZLP (Harris et al 1986, Flower et al 1986 y Sanders et al 1989). Este precipitado debe estar presente en la zona de desorden asociada a la frontera de grano (figura 3.7a).

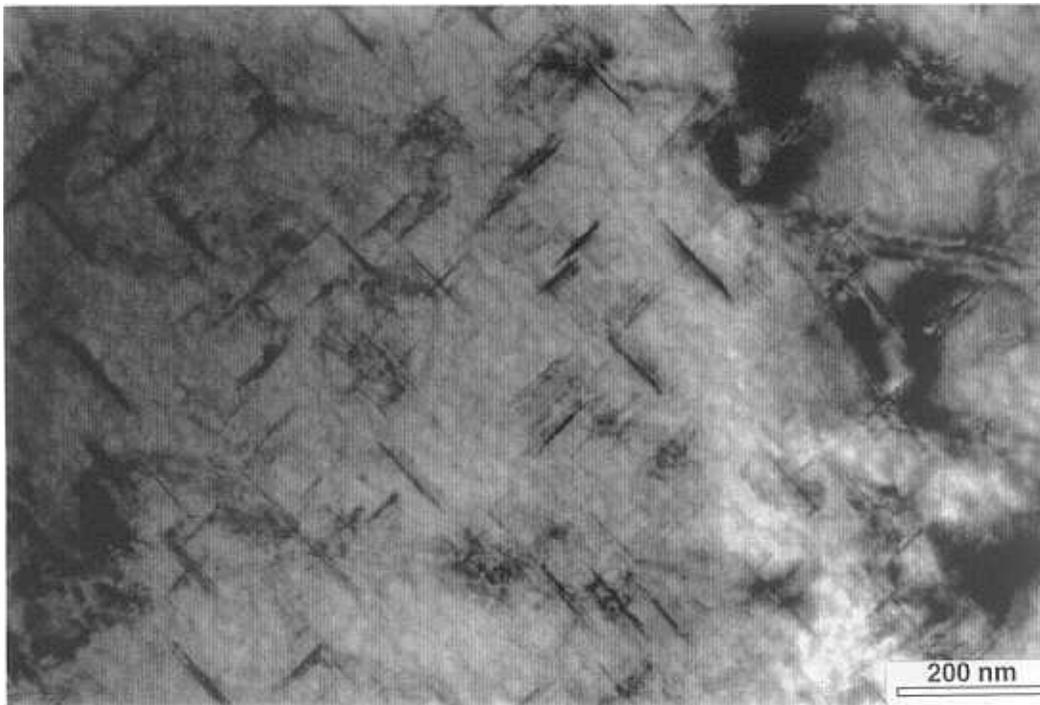


Figura 3.8: Precipitados S' en la aleación sin reforzar, condición T651. La imagen se realizó en una orientación próxima a  $B \approx \langle 011 \rangle$ .

En el material compuesto aparecieron las fases  $\delta'$  y  $\beta'$  con características similares a las encontradas en la aleación sin reforzar (figura 3.9). La principal modificación introducida por la presencia del refuerzo fue la aparición de una zona libre de precipitados  $\delta'$  en la

intercara partícula-matriz (figuras 3.10 y 3.11), y un incremento notable de la densidad de dislocaciones en el compuesto, especialmente en la vecindad de las partículas cerámicas (figura 3.10).

Aunque no se realizó un análisis cuantitativo se puede afirmar, desde el punto de vista cualitativo, que los precipitados S' aparecieron en el compuesto con mayor frecuencia que en la aleación sin reforzar (figura 3.12). Probablemente la mayor densidad de dislocaciones en el MCMF favoreció la nucleación de fases semicoherentes como el precipitado S'.

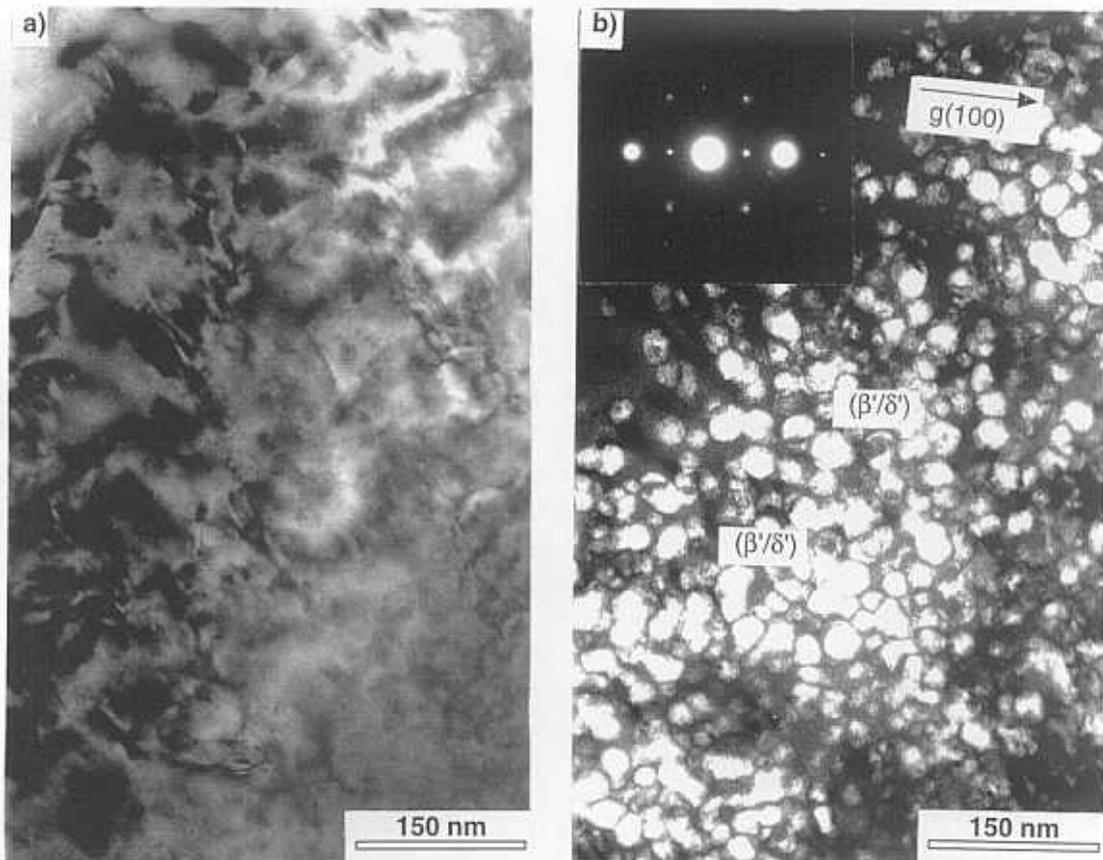


Figura 3.9: Pareja de imágenes campo claro y campo oscuro centrado (CDF) correspondientes al MCMF en la condición T651. La imagen de campo oscuro se formó con una de las reflexiones de la estructura  $L_{12}$  característica de la fase  $\delta'$ . a) Campo claro. b) Campo oscuro centrado (CDF) mostrando la distribución de la fase  $\delta'$  y la presencia de partículas mixtas  $\beta'/\delta'$ .

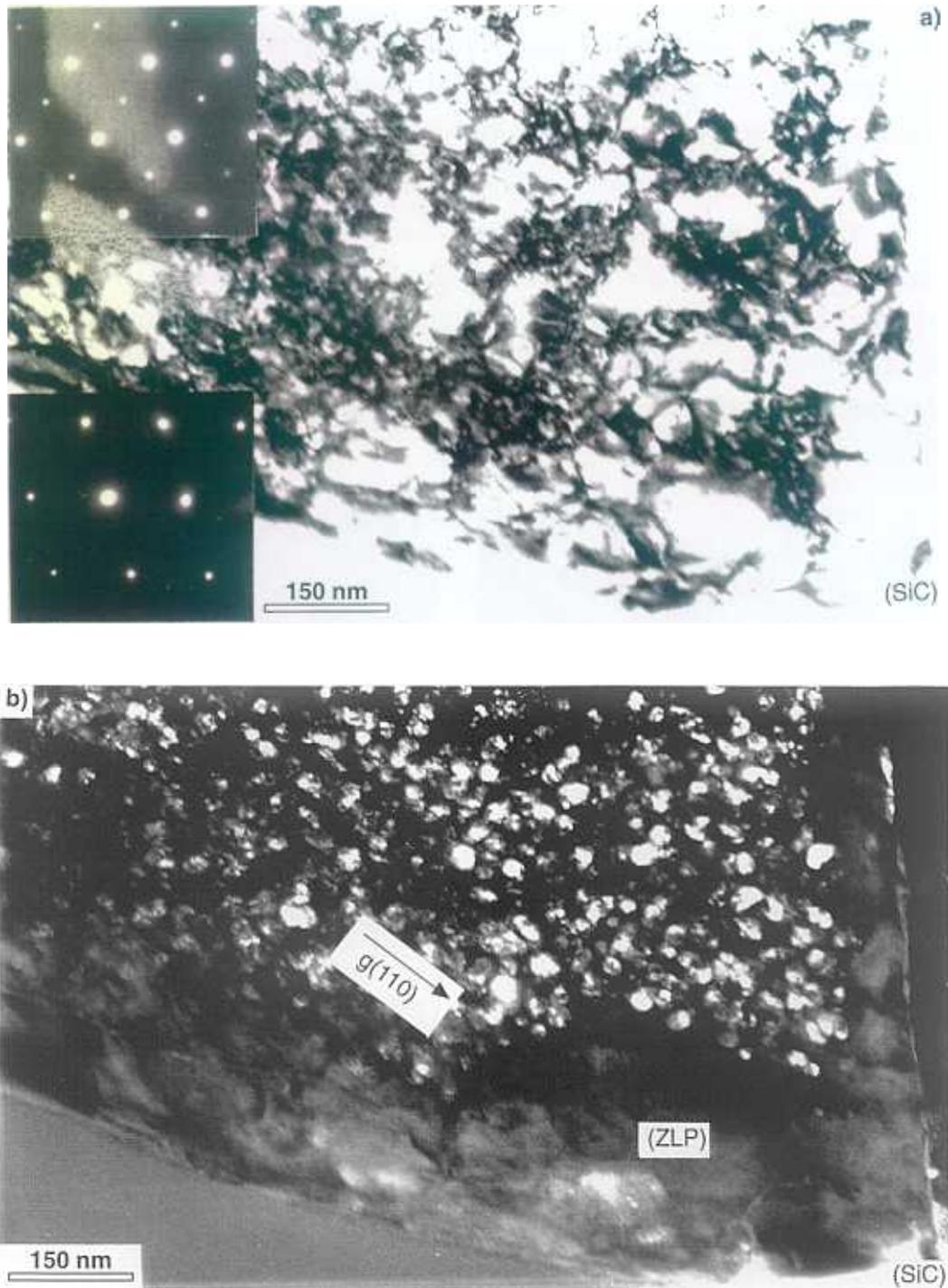


Figura 3.10: Material compuesto en la condición T651 mostrando una ZLP en la intercara partícula matriz. a) Campo claro. En el diagrama de difracción correspondiente a la zona alejada del refuerzo se ven claramente las reflexiones correspondientes a la estructura  $L_2$  característica de la fase  $\delta'$ . Por el contrario en el diagrama de difracción correspondiente a la ZLP, las reflexiones correspondientes a la estructura  $L_2$  han desaparecido. b) Imagen en campo oscuro (CDF) formada con la reflexión característica de la estructura  $L_2$  señalada en el diagrama de difracción correspondiente a la zona alejada del refuerzo.

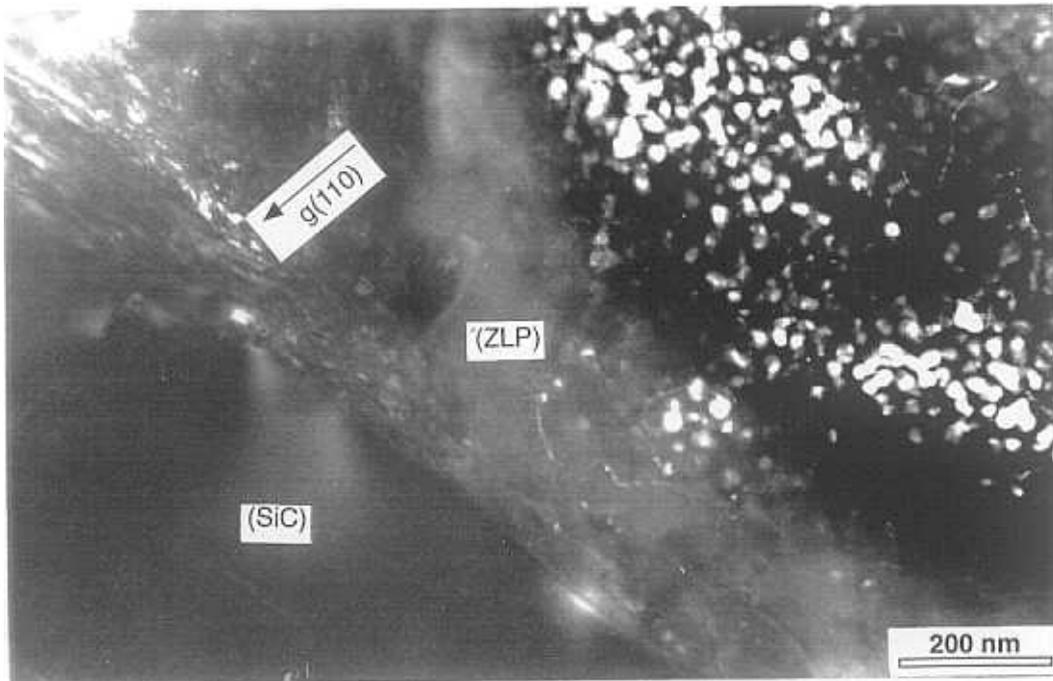


Figura 3.11: Micrografía del material compuesto en la condición T651 mostrando una ZLP en la intercara partícula matriz (CDF).

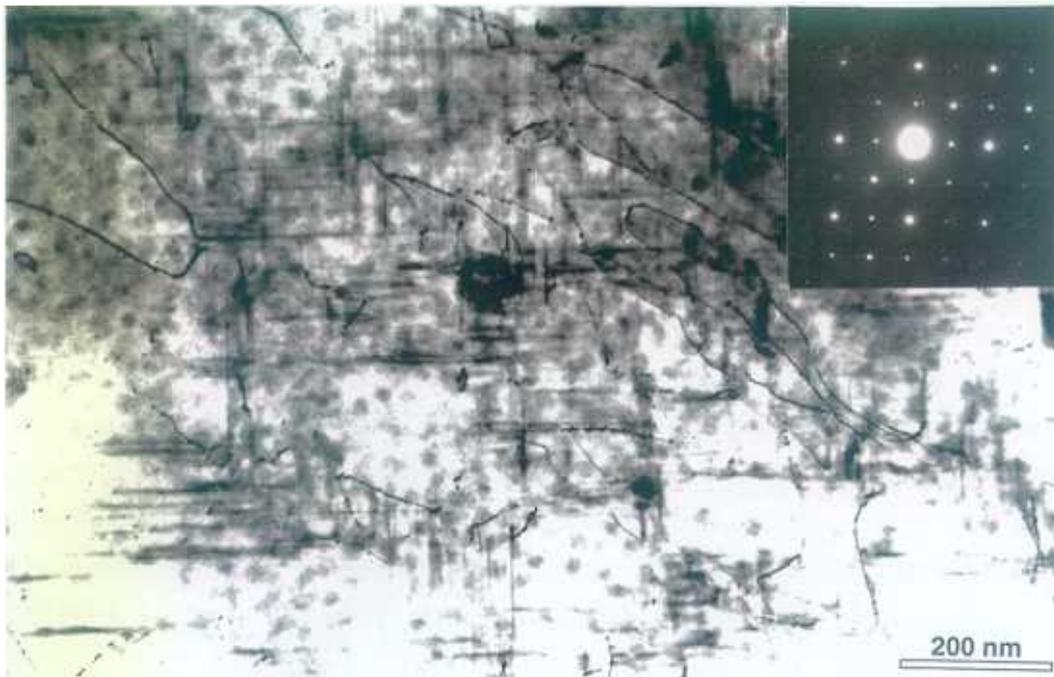


Figura 3.12: Precipitados S' en el material compuesto, condición T651. Campo claro y diagrama de difracción correspondiente. Las reflexiones propias de la fase S' aparecen como líneas debido a la forma de aguja del precipitado.

### 3.5.2 Condición de madurado natural T4

El tratamiento térmico a 530 °C, realizado para obtener la condición T4, disolvió las fases  $\delta'$  y S' en la aleación sin reforzar. Durante el temple y el posterior madurado a temperatura ambiente se desarrolló la fase  $\delta'$  alcanzando un tamaño medio del orden de 5 nm (figura 3.13), muy inferior al tamaño de 25 nm observado en la condición T651 (figura 3.6). La fase  $\delta'$  creció sobre los dispersoides  $\beta'$  dando lugar a partículas mixtas  $\beta'/\delta'$  con un tamaño superior, del orden de 20 nm<sup>5</sup>.

En las fronteras de grano apareció el dispersoide  $\beta'$  con un aspecto similar al encontrado en la condición T651 (figura 3.14).

En el material compuesto los precipitados S' y  $\delta'$  también se disolvieron por el tratamiento a 530 °C. La fase  $\delta'$  no se desarrolló durante la maduración a temperatura ambiente. En el diagrama de difracción correspondiente (figura 3.15) las reflexiones propias de la estructura L1<sub>2</sub>, característica de la fase  $\delta'$ , han desaparecido. Este resultado prueba claramente que la fase  $\delta'$  no está presente en el compuesto en condición T4. La nucleación de la fase  $\delta'$  es más complicada en el MCMM por varias razones. En primer lugar la densidad de vacantes en el MCMM es menor que en la aleación sin reforzar, como se indicó en la introducción. Por otra parte las partículas cerámicas actúan como sumideros de defectos puntuales y la concentración de Li en disolución sólida aumenta en la vecindad de la intercara partícula-matriz disminuyendo el contenido en Li de la aleación lejos de las partículas cerámicas (Oh et al 1989). El litio presente en el MCMM podría encontrarse formando zonas de orden a corto alcance. Diversos autores han propuesto la existencia de zonas de este tipo como precursores de la fase  $\delta'$  por los resultados encontrados mediante análisis térmicos y recientemente mediante espectroscopía de aniquilación de positrones (Williams 1989 y Del Río et al 1994). El

---

<sup>5</sup>El tamaño de la fase  $\beta'$  fue similar al observado en la condición T651. Sin embargo la zona brillante que la rodea, formada por la fase  $\delta'$ , fue considerablemente menor.

dispersoide  $\beta'$  estaba presente en el material de forma similar a la encontrada en la condición T651.

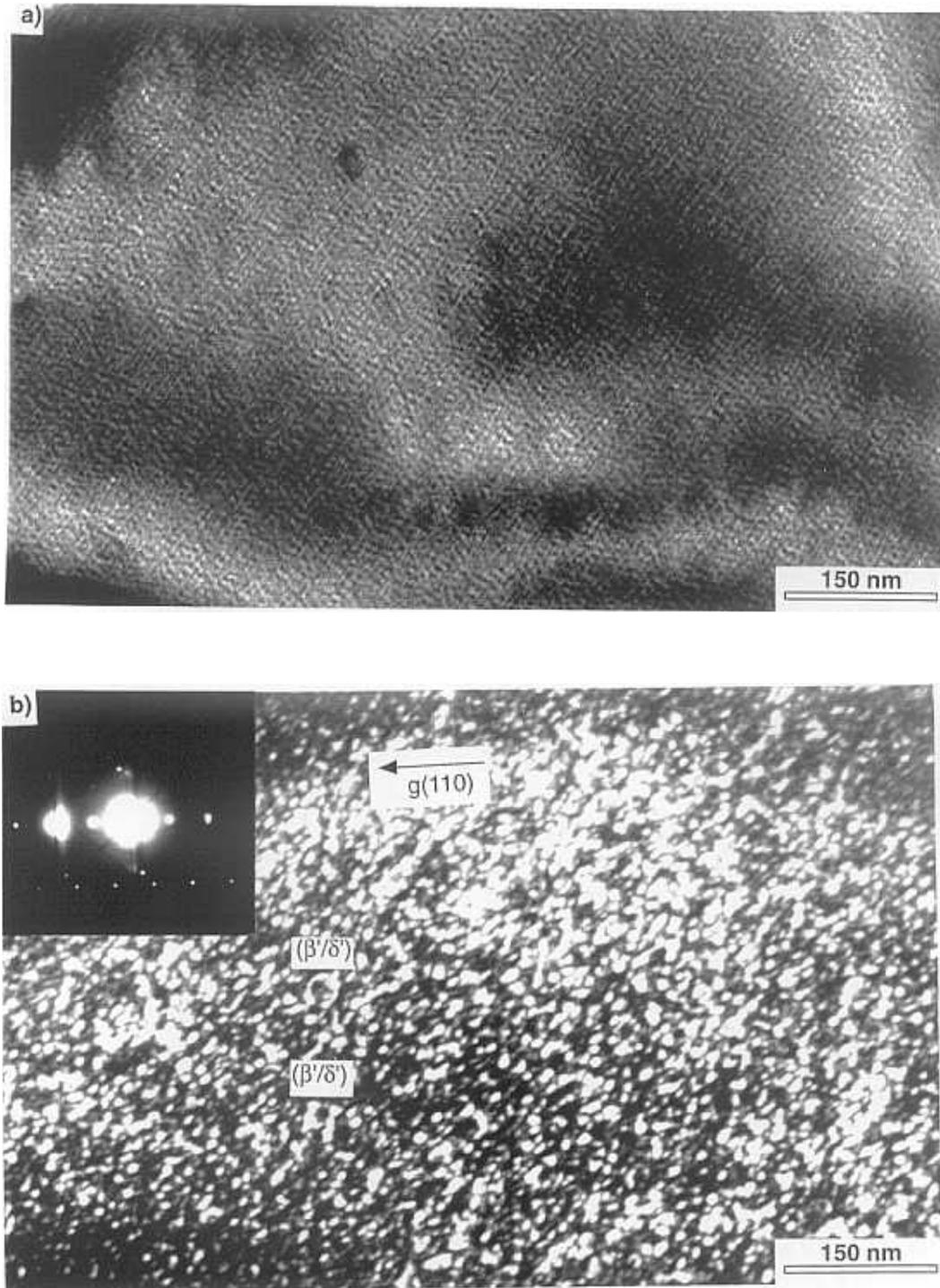


Figura 3.13: Pareja de imágenes campo claro y campo oscuro centrado (CDF) correspondientes a la aleación sin reforzar en la condición T4. La imagen de campo oscuro se formó con una de las reflexiones de la estructura  $L_{12}$  característica de la fase  $\delta'$ . a) Campo claro. b) Campo oscuro centrado (CDF) mostrando la distribución de la fase  $\delta'$  y la presencia de partículas mixtas  $\beta'/\delta'$ .

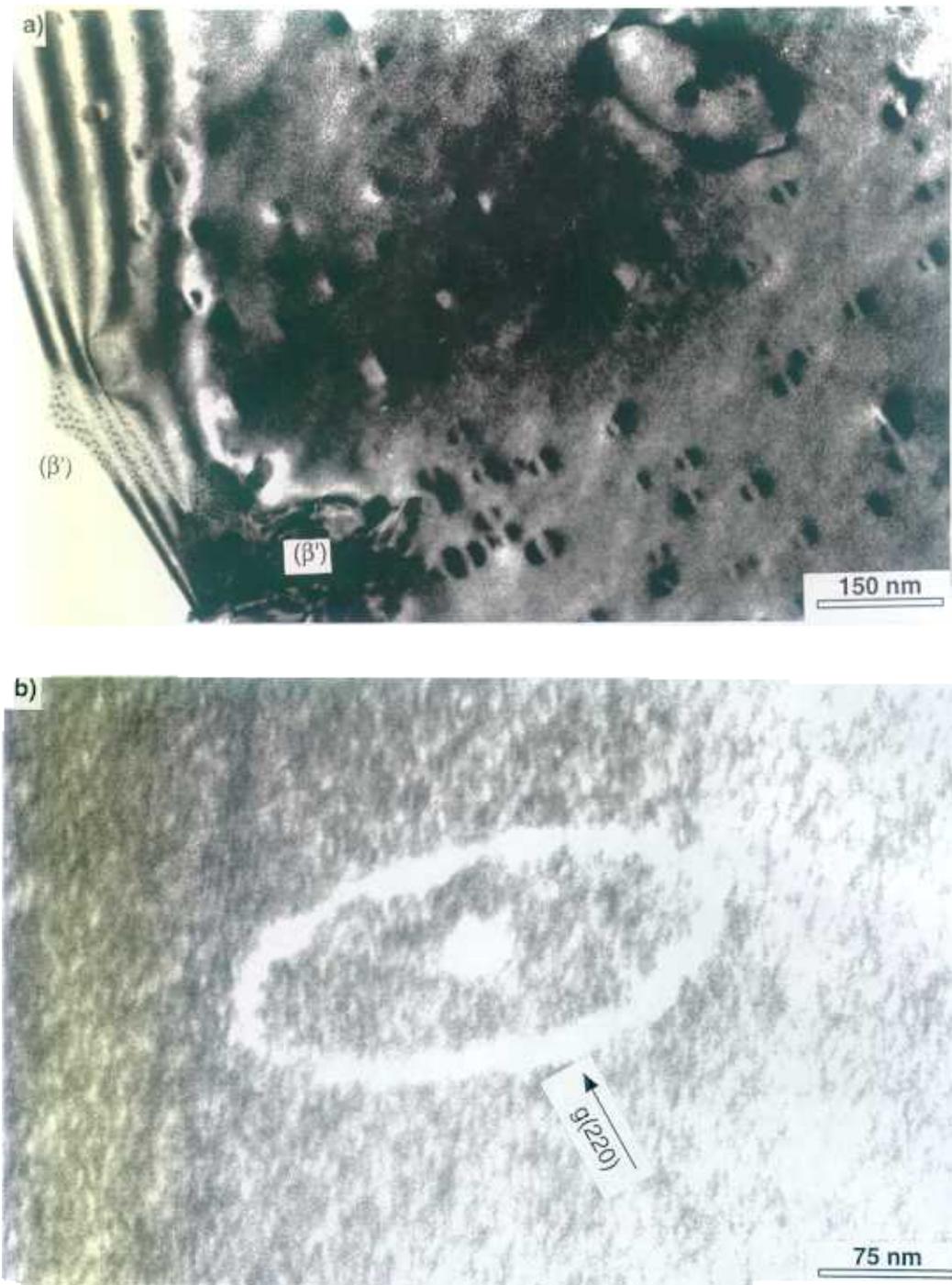


Figura 3.14: Aleación sin reforzar en la condición T4 . a) Campo claro, mostrando el dispersoide  $\beta'$  en una frontera de grano de la aleación. b) Campo oscuro centrado (CDF) en la orientación de haz débil, mostrando en detalle un bucle de dislocación observado en la micrografía anterior. Es de resaltar la diferencia de tamaño entre el bucle de dislocación y la fase  $\beta'$ .



Figura 3.15: Material compuesto en la condición T4 . Campo claro y diagrama de difracción correspondiente. Las reflexiones propias de la estructura L1<sub>2</sub>, característica de la fase  $\delta'$ , han desaparecido.



## Capítulo 4

# COMPORTAMIENTO MECÁNICO

Este capítulo presenta las propiedades mecánicas de los materiales estudiados bajo la acción de cargas monótonas y cíclicas.

### 4.1 COMPORTAMIENTO BAJO CARGA MONÓTONA

En primer lugar se describen las técnicas experimentales empleadas y a continuación se presentan los resultados obtenidos: propiedades mecánicas en tracción, mecanismos de deformación y mecanismos de rotura.

#### 4.1.1 Técnicas experimentales

Con objeto de estudiar el comportamiento mecánico bajo carga monótona se mecanizaron probetas (figura 4.1) para realizar ensayos de tracción de acuerdo con las recomendaciones de la norma americana ASTM-E8M (1989). El eje de carga coincidió con la dirección de extrusión. Los ensayos se realizaron con velocidad de desplazamiento del actuador constante y la velocidad de deformación media fue  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Se utilizó un extensómetro con una base de medida de 50 mm para tener resolución suficiente en la medida del módulo de Young. La figura 4.2 muestra el dispositivo experimental. Se realizó otra serie de ensayos donde la probeta fue descargada y recargada periódicamente con objeto de medir la degradación del módulo de Young durante el proceso de deformación.

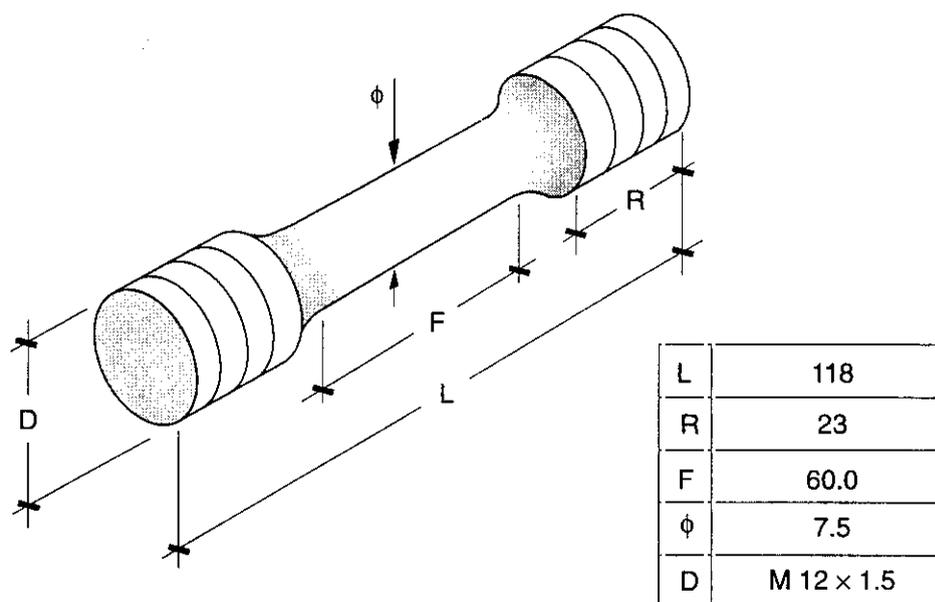


Figura 4.1: Geometría de las probetas utilizadas en los ensayos de tracción (todas las dimensiones vienen expresadas en mm).

La superficie de fractura de las probetas ensayadas se estudió en el microscopio electrónico de barrido. Algunas probetas se seccionaron por un plano perpendicular a la superficie de rotura y se prepararon para su estudio metalográfico<sup>6</sup>. Los mecanismos de rotura dominantes en los materiales compuestos se analizaron mediante técnicas de metalografía cuantitativa.

Finalmente se realizó una tercera serie de ensayos donde las probetas fueron deformadas hasta un valor próximo a la mitad de la ductilidad y se descargaron. A partir de estas probetas se prepararon muestras para analizar los mecanismos de deformación dominantes en la aleación sin reforzar y en el material compuesto mediante microscopía electrónica de transmisión.

---

<sup>6</sup>La preparación metalográfica fue similar a la descrita en el apartado 3.2.

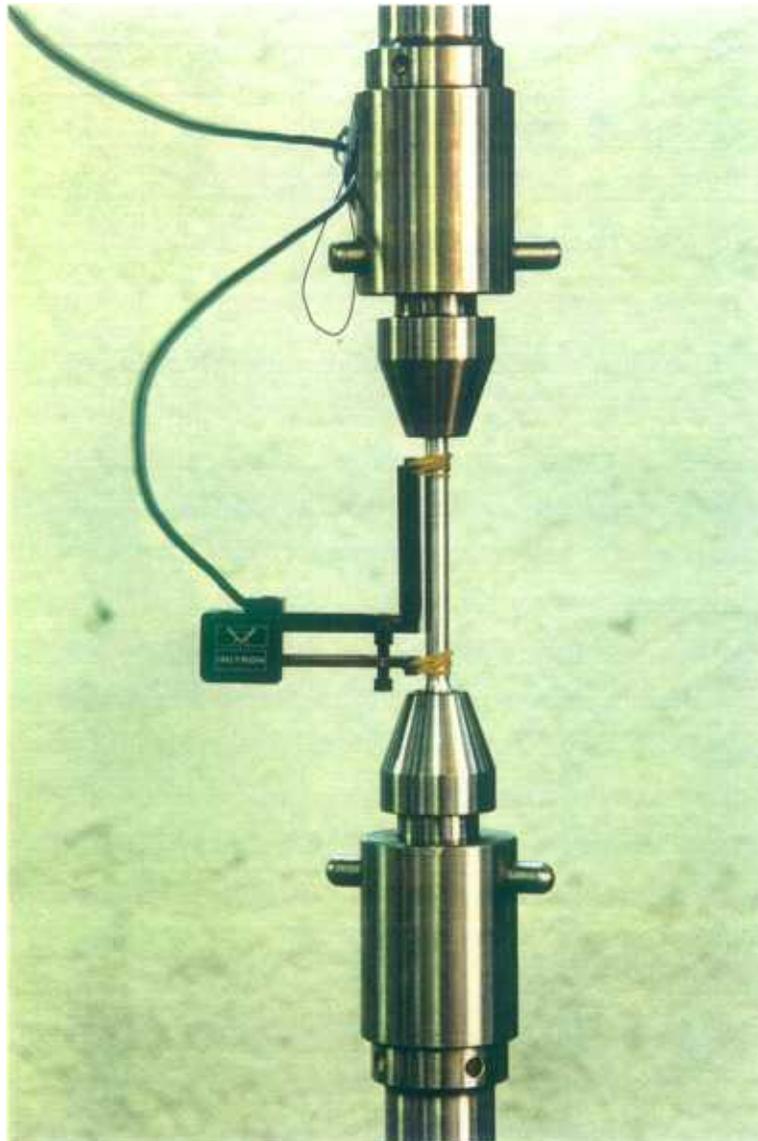


Figura 4.2: Dispositivo utilizado para realizar los ensayos de tracción.

#### 4.1.2 Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas en tracción de los materiales ensayados se muestran en la tabla 4.1, donde se han incluido el módulo de Young,  $E$ , el límite elástico,  $\sigma_y$ , la resistencia a tracción,  $\sigma_u$ , y la deformación a rotura,  $\epsilon_u$ . Los resultados corresponden a los valores medios obtenidos en, al menos, tres ensayos.

Tabla 4.1: Propiedades mecánicas en tracción.

	E (GPa)	$\sigma_y$ (MPa)	$\sigma_u$ (MPa)	$\epsilon_u$ (%)
8090 T4	83	222	438	12
8090+SiC T4	108	261	449	6
8090 T651	81	552	581	2.3
8090+SiC T651	102	523	568	1.5

Las curvas tensión-deformación están representadas en la figura 4.3. La aleación sin reforzar en la condición T651 presentó inestabilidades en forma de dientes de sierra en la zona plástica de la curva tensión-deformación. Este efecto se ha observado anteriormente en esta aleación (Damerval et al 1989). Las inestabilidades observadas podrían ser el resultado de un efecto Portevin-Le Chatelier (Dieter 1988), provocado por la presencia de Mg y Cu en disolución sólida. Otro posible origen de las inestabilidades podría encontrarse en un fenómeno de ablandamiento debido al proceso de cizalla de la fase  $\delta'$ . La resistencia que ofrece la fase  $\delta'$  al paso de dislocaciones disminuye cuando ha sido cizallada porque se destruye el orden del precipitado en el plano de deslizamiento de la dislocación. En nuestro caso es más probable que este segundo mecanismo fuera responsable del comportamiento descrito. Al estudiar la microestructura de la aleación en la condición T651 se encontró el precipitado S' ( $Al_2CuMg$ ) y, por tanto, no es de esperar una elevada concentración de Mg y Cu en disolución sólida. Por otra parte, el estudio en el microscopio electrónico de transmisión de la aleación en la condición T651 ensayada a tracción mostró que la fase  $\delta'$  fue cizallada por las dislocaciones durante la deformación del material.

Las curvas tensión-deformación de los ensayos de tracción se superpusieron sobre las curvas obtenidas en los ensayos con descargas periódicas sucesivas, a excepción de los realizados sobre la aleación en condición T4. La tensión medida en estos ensayos fue unos 70 MPa superior a la obtenida en los ensayos de tracción simple (figura 4.4). Esta diferencia no es fácil de explicar, pero puede entenderse si se considera que la fase  $\delta'$  fue cizallada por las dislocaciones. Si el tamaño del precipitado es suficientemente pequeño puede llegar a ser inestable al cizallarse repetidamente, provocando su disolución en la matriz. Al

descargar la probeta, el material se mantiene en régimen elástico durante un tiempo que pudo ser suficiente para producirse la reprecipitación de  $\delta'$ . De este modo, la presencia de la nueva fase  $\delta'$  hace necesaria una tensión adicional para provocar el movimiento de dislocaciones al recargar el material, dando lugar a un endurecimiento por deformación mayor (Ventakeswara et al 1991).

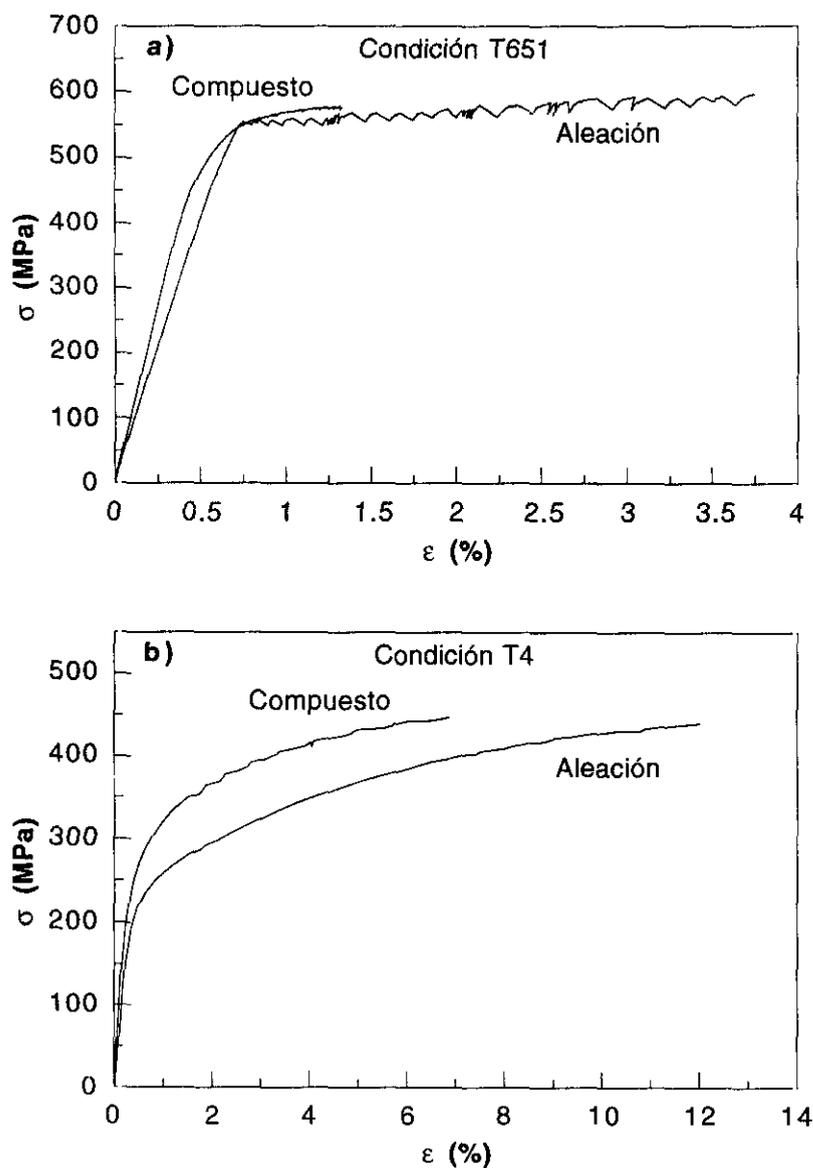


Figura 4.3: Influencia del refuerzo en la curva tensión-deformación. a) Condición T651. b) Condición T4.

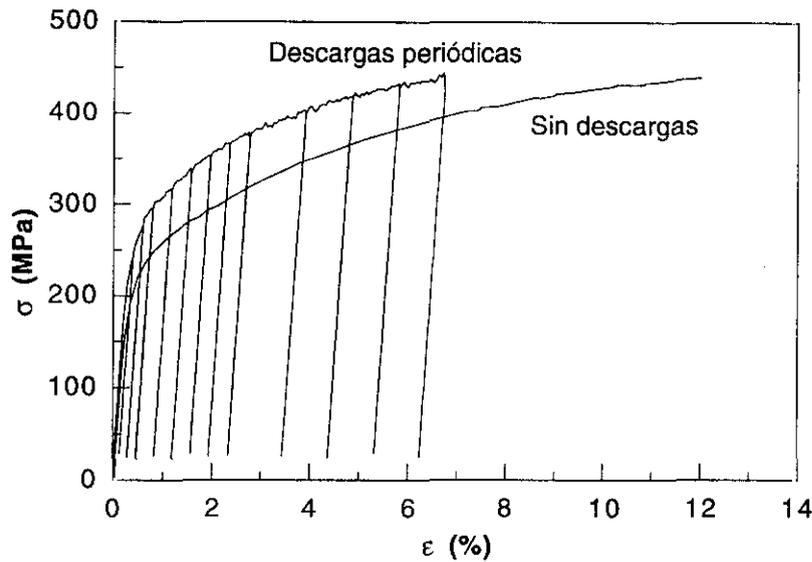


Figura 4.4: Diferencias entre los ensayos de tracción simple sin descargas y con descargas periódicas en la aleación sin reforzar, condición T4.

El cociente entre el módulo de Young medido para distintas deformaciones mediante las descargas periódicas,  $E$ , y el módulo de Young medido durante la primera descarga tras alcanzar el material una deformación del 0.2%,  $E_0$ , se ha dibujado en las figuras 4.5 (aleaciones sin reforzar) y 4.6 (materiales compuestos). La aleación en la condición T651 mantuvo sus propiedades elásticas hasta una deformación del 1%. A partir de ese momento se produjo una rápida caída del módulo de Young. El análisis posterior de los mecanismos de rotura mostró la aparición de grietas secundarias que crecieron por las fronteras de grano de la aleación en la dirección longitudinal. Este mecanismo de daño tan sólo se observó en la superficie de fractura y, por tanto, debió tener lugar en la etapa previa a la rotura del material, siendo responsable de la reducción del módulo de Young observado en la aleación en condición T651 para deformaciones cercanas a la de rotura. Esta localización del daño a partir de un momento dado se observa más claramente en la figura 4.5b, donde se ha representado la caída del módulo de Young frente a la tensión en el material.

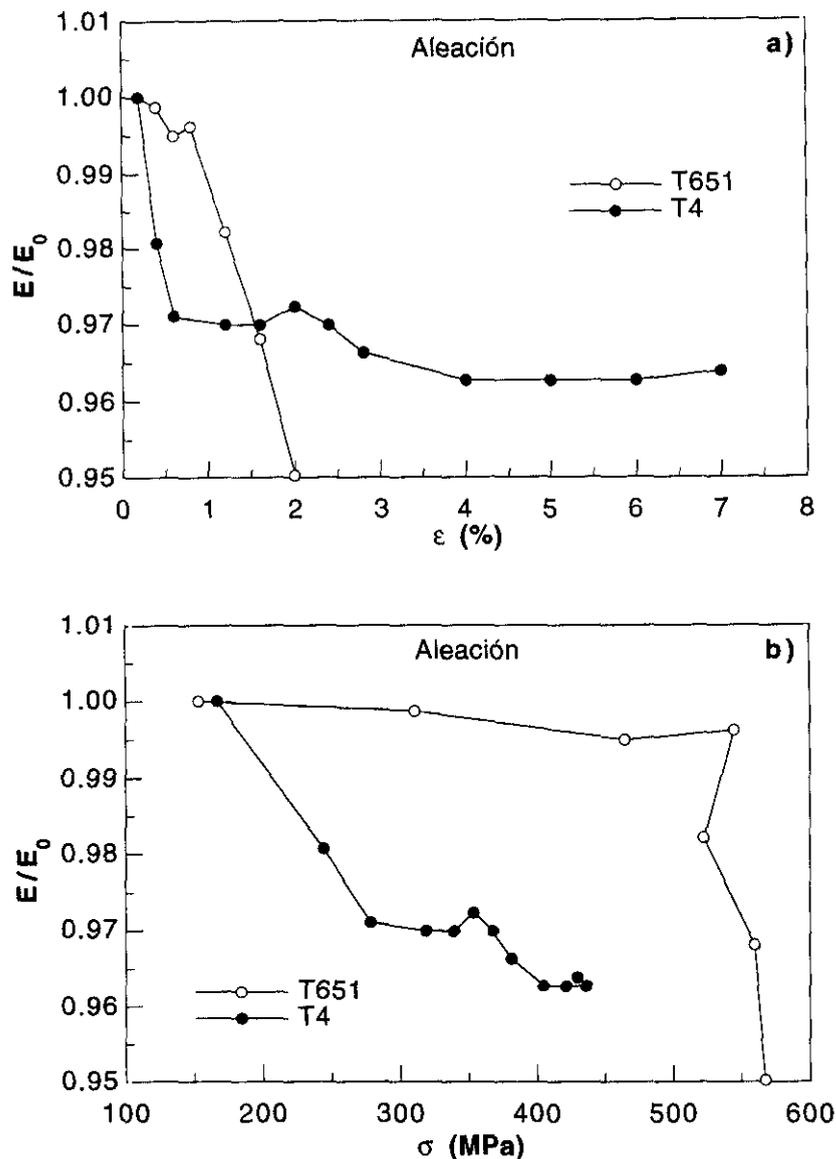


Figura 4.5: Degradación del módulo de Young en las aleaciones sin reforzar. a) En función de la deformación. b) En función de la tensión.

Por el contrario, el módulo de Young de la aleación en la condición T4 se degradó al inicio de la deformación del material hasta alcanzar un valor que se mantuvo prácticamente constante durante el resto del ensayo para deformaciones superiores a 0.5%. El análisis de los mecanismos de rotura no reveló ningún mecanismo de daño que pudiera ser responsable de la degradación inicial de las propiedades elásticas de la aleación. El aumento de las propiedades elásticas de las aleaciones basadas en el sistema Al-Li se produce por la formación de la fase  $\delta'$  y de zonas de orden a corto alcance (Sankaran et al 1980 y Masuda

et al 1989). El orden de estas zonas pudo degradarse durante las primeras etapas de la deformación plástica, al ser cizalladas por las dislocaciones, provocando una disminución de las propiedades elásticas de la aleación.

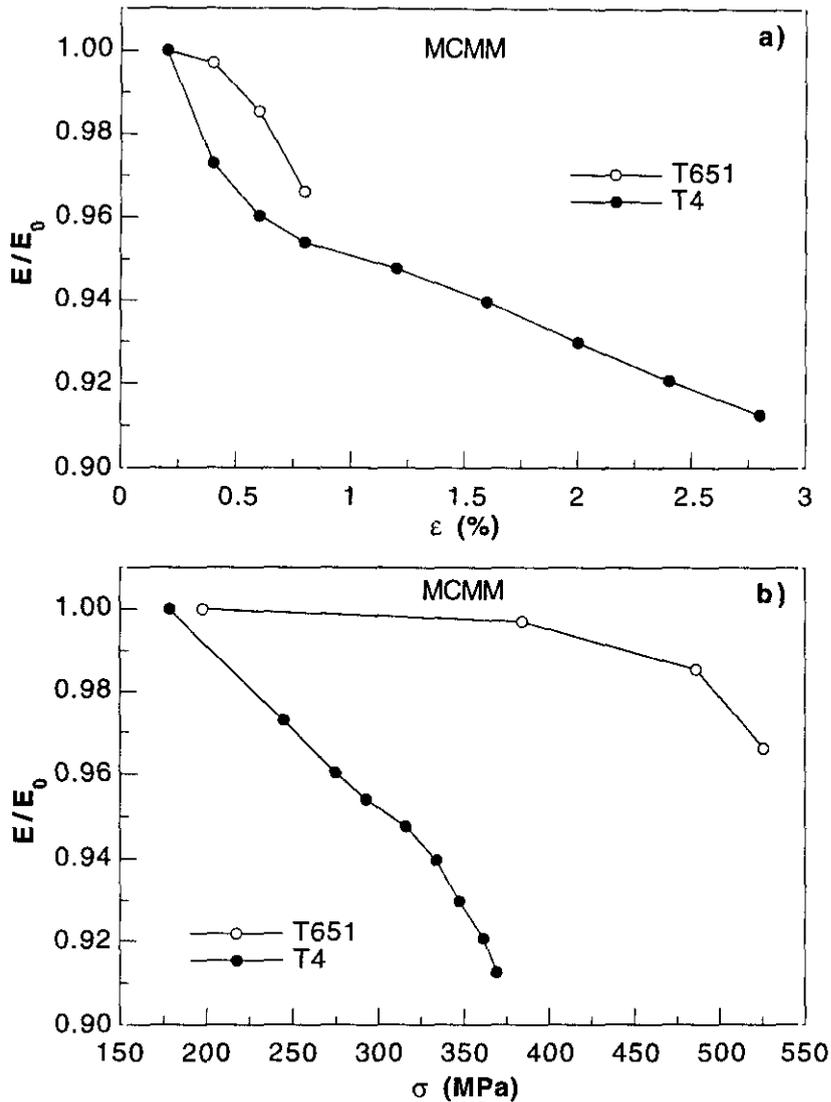


Figura 4.6: Degradación del módulo de Young en los materiales compuestos. a) En función de la deformación. b) En función de la tensión.

Las propiedades elásticas del MCMM en condición T4 también se degradaron rápidamente hasta una deformación del orden del 0.5% y a continuación el módulo de Young del compuesto continuó disminuyendo de un modo más suave (figura 4.6a). La primera etapa en la reducción de las propiedades elásticas del MCMM parece reflejar la degradación de las propiedades de la matriz mientras que la segunda

obedeció a la acumulación de daño. En el caso del material compuesto en la condición T651, el módulo de Young también se redujo progresivamente durante la deformación. El análisis de los mecanismos de rotura de los MCMM en las dos condiciones estudiadas reveló un importante número de partículas fracturadas durante el ensayo. Este fenómeno es responsable de la reducción del módulo de Young en el compuesto en condición T651 y de la segunda etapa observada en la degradación de las propiedades elásticas del MCMM en condición T4 (Mochida et al 1991 y Derby et al 1995).

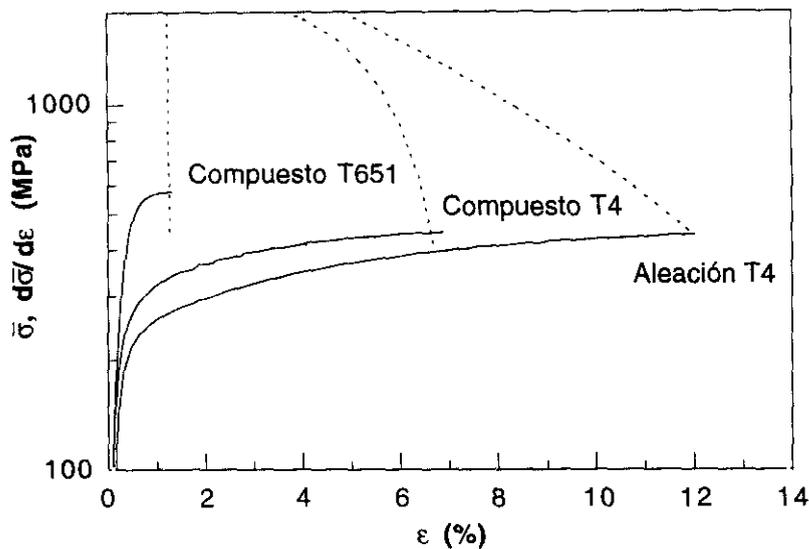


Figura 4.7: Curvas tensión-deformación (líneas continuas) junto con las correspondientes capacidades de endurecimiento por deformación (líneas discontinuas) en los materiales cuya ductilidad se ajusta al criterio de Considère.

La deformación a rotura,  $\epsilon_u$ , del material compuesto, en los dos tratamientos térmicos estudiados, y de la aleación en condición T4 vino determinada por el comienzo de la inestabilidad plástica durante el ensayo de tracción (figura 4.7). Para un material que no experimenta cambios de volumen durante la deformación y que es insensible a la velocidad de deformación, el comienzo de la inestabilidad plástica viene expresada por el criterio de Considère de acuerdo con

$$\bar{\sigma} = \frac{d\bar{\sigma}}{d\epsilon} \quad (4.1)$$

donde  $\bar{\sigma}$  es la tensión aplicada y  $d\bar{\sigma}/d\epsilon$  es la capacidad de endurecimiento por deformación. A partir de ese momento, la deformación se localiza en una sección de la probeta dando lugar a su fractura. Para los materiales señalados más arriba (figura 4.7) este proceso de localización es muy rápido y el criterio de Considère proporciona una buena estimación de la ductilidad del material compuesto en los tratamientos térmicos T651 y T4.

La rotura de la aleación en condición T651 tuvo lugar antes de alcanzarse la inestabilidad plástica, indicando que el proceso de fractura se debió a otros factores.

#### **4.1.3 Mecanismos de deformación**

El estudio de los mecanismos de deformación mediante microscopía electrónica de transmisión comenzó con la aleación sin reforzar. Se analizaron las estructuras de dislocaciones en los tratamientos térmicos T651 y T4, y a continuación se evaluaron los cambios inducidos por la presencia del refuerzo cerámico en los MCMM.

##### *Aleación sin reforzar*

Los principales precipitados endurecedores presentes en la aleación sin reforzar en condición T651 fueron las fases S' y  $\delta'$ . El precipitado S' es semicoherente con la matriz de aluminio y no pudo ser cizallado por las dislocaciones durante la deformación, obligando a las dislocaciones a curvarse alrededor de estos obstáculos según el mecanismo de Orowan. Este fenómeno tiende a homogeneizar la deformación al aumentar la tensión necesaria para mover las dislocaciones y activar diferentes mecanismos de deslizamiento dentro de cada grano. Como resultado, se evitó la localización de la deformación en bandas de deslizamiento y las dislocaciones se distribuyeron durante la deformación en estructuras tridimensionales, quedando atrapadas en las intercaras de los precipitados

semicoherentes (figuras 4.8 y 4.9a). Las fronteras de grano del material constituyen lugares preferentes para la nucleación de la fase S' y en su vecindad aparecieron apilamientos de dislocaciones (figura 4.8) que provocaron un importante aumento del nivel de tensiones en las fronteras de grano.

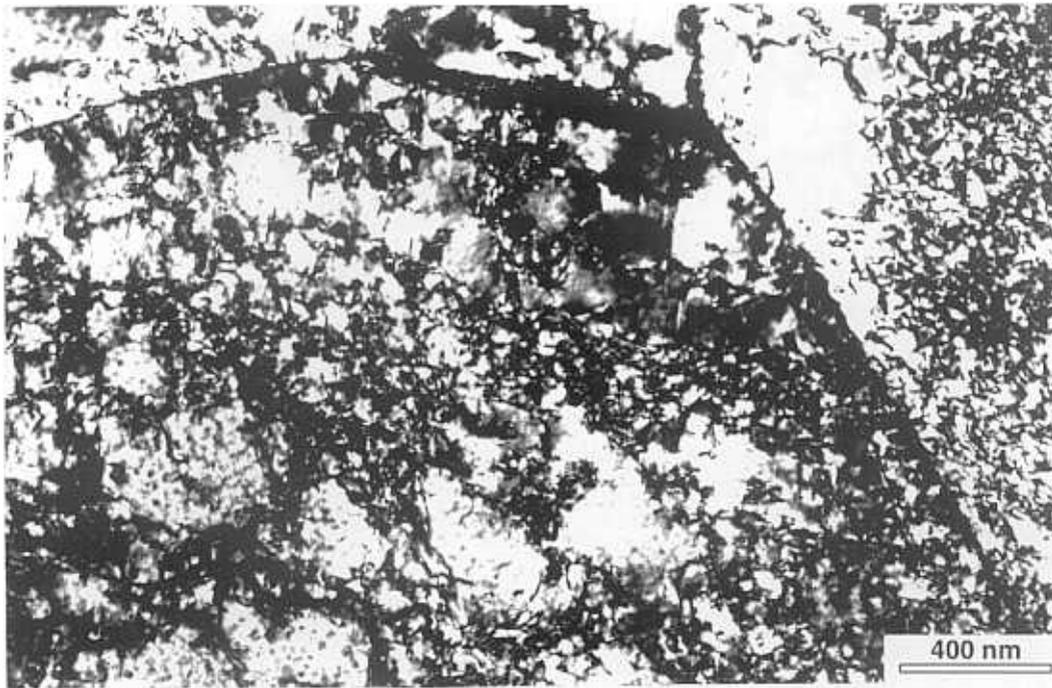


Figura 4.8: Distribución de dislocaciones en la aleación ensayada a tracción, condición T651. La imagen fue tomada en la orientación  $B=\langle 011 \rangle$ .

Por otra parte la fase  $\delta'$ , coherente con la matriz, fue cizallada por las dislocaciones durante la deformación en tracción de la aleación (figura 4.9b). Este mecanismo fue responsable de la aparición de inestabilidades en forma de dientes de sierra en la zona plástica de la curva tensión-deformación. Como se indicó en la introducción, la fase  $\delta'$  endurece el material por la resistencia que ofrece a ser cizallada. Cuando este precipitado coherente ha sido atravesado por las dislocaciones en un plano de deslizamiento, se destruye el orden en ese plano y disminuye la resistencia a ser cizallado de nuevo, reduciéndose la tensión necesaria para provocar el deslizamiento de dislocaciones. La repetición de este proceso dio lugar a la aparición de las inestabilidades en forma de dientes de sierra observadas.

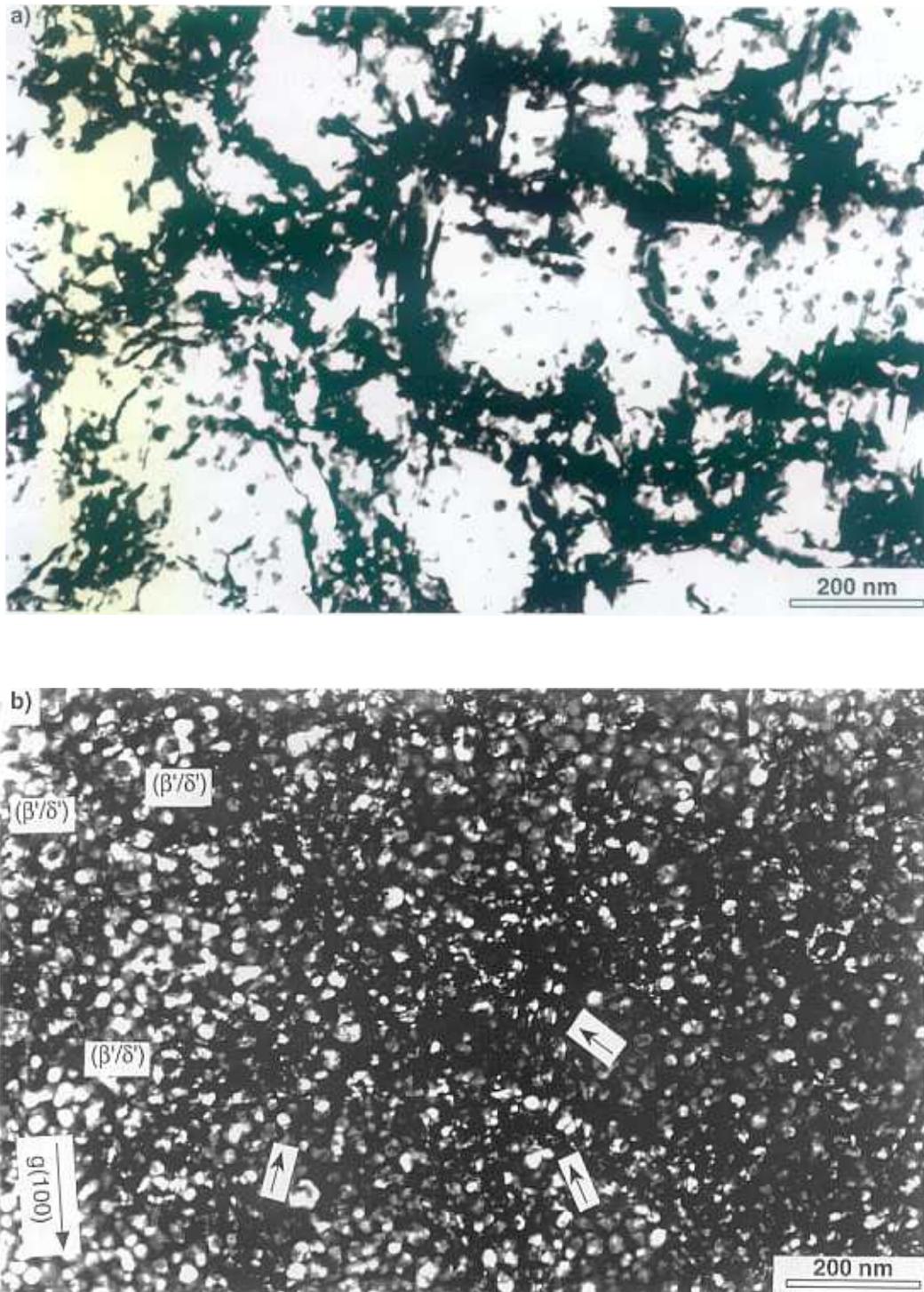


Figura 4.9: Aleación sin reforzar ensayada a tracción en la condición T651,  $B=\langle 011 \rangle$ . a) Campo claro, donde pueden observarse dislocaciones decoradas por la fase S'. b) Campo oscuro (CDF) mostrando precipitados  $\delta'$  cizallados. La imagen se realizó con una de las reflexiones de la estructura  $L1_2$  característica de la fase  $\delta'$ .

El precipitado mayoritario de la aleación en condición T4 fue la fase  $\delta'$ . Esta fase endureció la aleación por la resistencia que ofrece a ser

cizallada, aunque este mecanismo de endurecimiento es menos eficiente que el proporcionado por los precipitados S' en la aleación madurada a alta temperatura y, por ese motivo, la resistencia mecánica de la aleación en condición T4 fue menor que en la condición T651. La presencia de precipitados coherentes, cizallables por dislocaciones, favorece la localización de la deformación y las dislocaciones formaron estructuras planas concentrándose en bandas de deslizamiento (figura 4.10) donde la deformación plástica fue muy elevada.

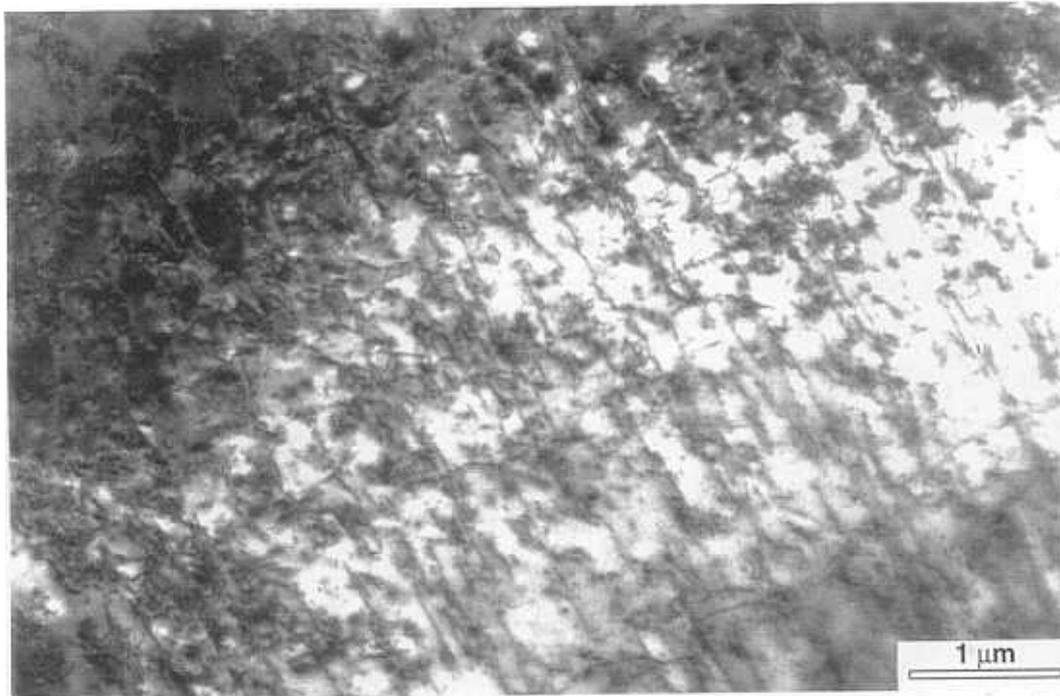


Figura 4.10: a) Dislocaciones concentradas en bandas de deslizamiento en la aleación sin reforzar deformada en tracción, condición T4. La imagen fue tomada en una orientación próxima a  $B \approx \langle 001 \rangle$ .

La fase  $\delta'$  debió ser cizallada por las dislocaciones durante la deformación en tracción de la aleación en condición T4. Aunque este hecho no pudo comprobarse debido al pequeño tamaño de este precipitado (del orden de 5 nm), existen razones de peso para suponerlo. En primer lugar, la cizalla de la fase  $\delta'$  favorece la localización de la deformación en bandas de deslizamiento tal como se ha observado en esta aleación. En segundo lugar, las dislocaciones cizallaron este precipitado en la aleación en condición T651, donde su tamaño medio fue

del orden de 25 nm, y resulta más fácil que el precipitado sea cizallado al disminuir su tamaño.

### *Material compuesto*

Los mecanismos de deformación del material compuesto en condición T651 fueron similares a los observados en la aleación sin reforzar. La fase S' endureció el material según el mecanismo de Orowan (figura 4.11a) y las dislocaciones cizallaron la fase  $\delta'$  (figura 4.11b). La densidad de dislocaciones fue más elevada que la encontrada en la aleación sin reforzar especialmente en la intercara partícula-matriz.

Por el contrario, los mecanismos de deformación del material compuesto en condición T4 cambiaron con respecto a los encontrados en la aleación sin reforzar. El recorrido libre medio de las dislocaciones en el MCMM se redujo por la reducción del tamaño de grano y, principalmente, por el aumento de la densidad de dislocaciones. Al incrementarse la densidad de dislocaciones aumentó la interacción entre ellas, reduciéndose la tendencia a localizar la deformación en bandas de deslizamiento. Como resultado, las dislocaciones formaron estructuras desordenadas donde interaccionaron entre ellas durante la deformación (figura 4.12). El aumento en la interacción entre las dislocaciones fue especialmente importante en la intercara partícula-matriz (figura 4.13).

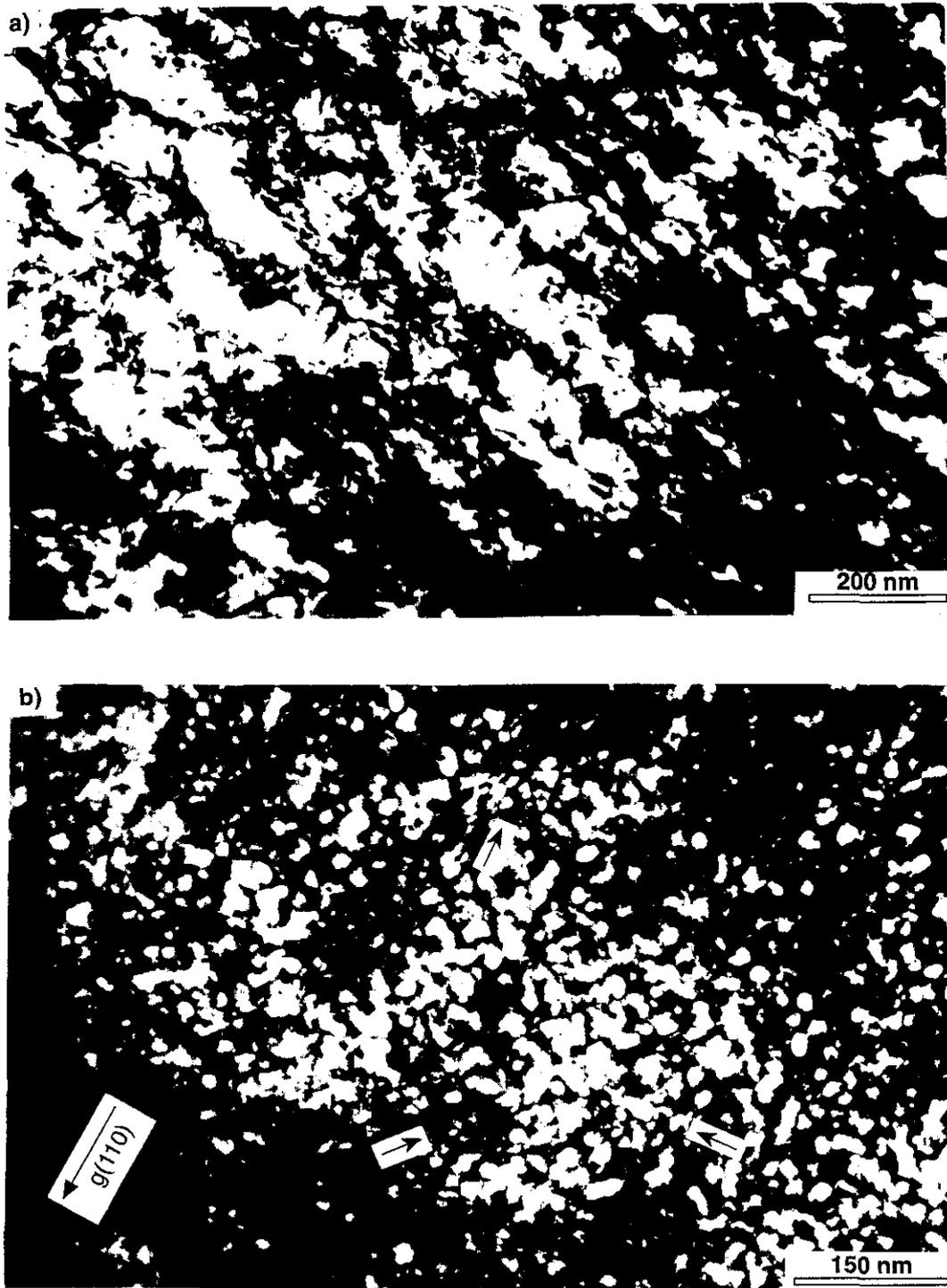


Figura 4.11: Mecanismos de deformación en el material compuesto ensayado en tracción. a) Dislocaciones atrapadas en la intercara de los precipitados  $S'$ . La imagen se realizó en campo claro en la orientación  $B=\langle 011 \rangle$ . b) Imagen de campo oscuro (CDF) mostrando la fase  $\delta'$  cizallada. La imagen se realizó con una de las reflexiones de la estructura  $L1_2$ , característica de la fase  $\delta'$  en la orientación  $B=\langle 111 \rangle$ .

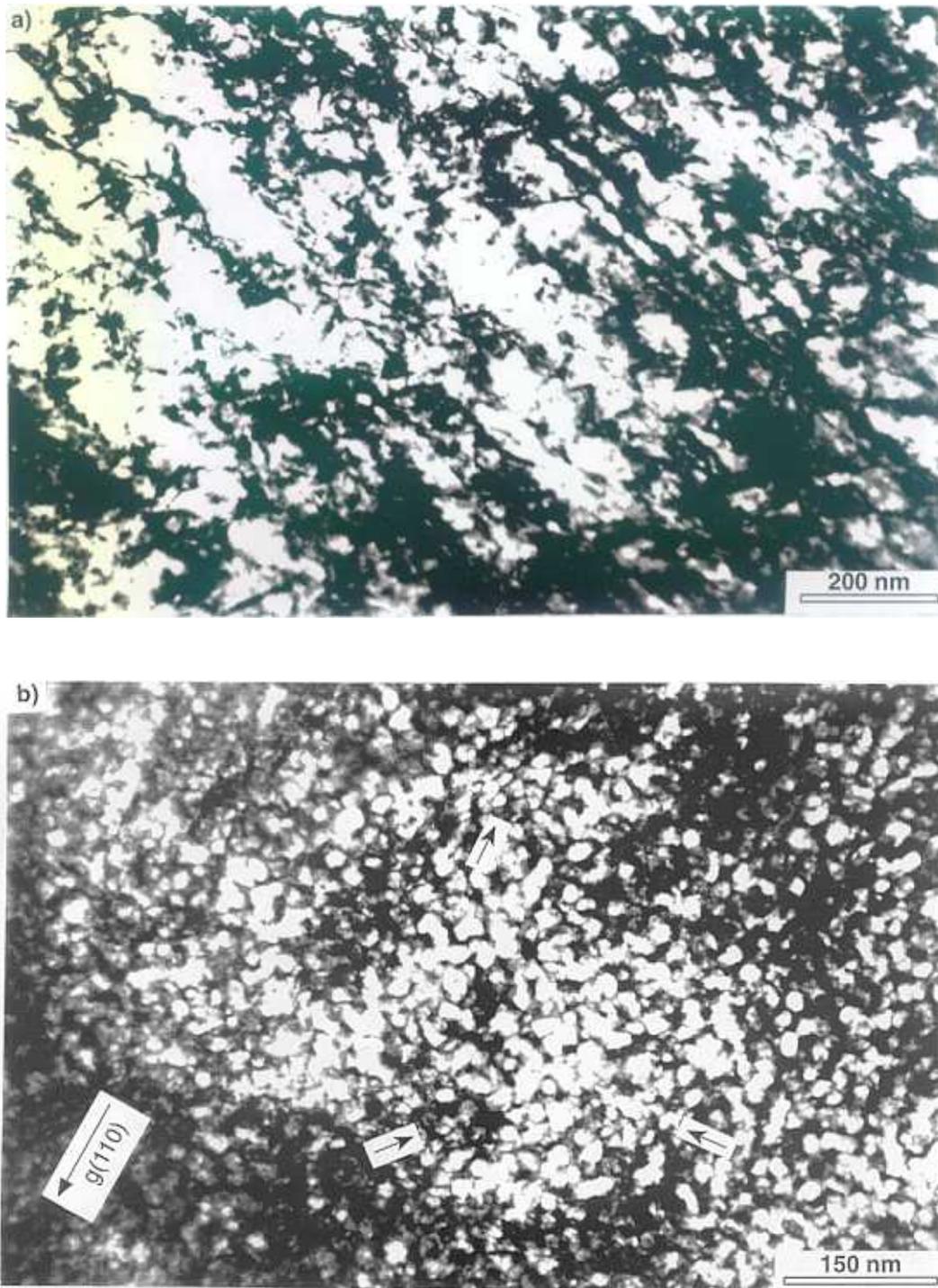


Figura 4.11: Mecanismos de deformación en el material compuesto ensayado en tracción. a) Dislocaciones atrapadas en la intercara de los precipitados  $S'$ . La imagen se realizó en campo claro en la orientación  $B=\langle 011 \rangle$ . b) Imagen de campo oscuro (CDF) mostrando la fase  $\delta'$  cizallada. La imagen se realizó con una de las reflexiones de la estructura  $L1_2$ , característica de la fase  $\delta'$  en la orientación  $B=\langle 111 \rangle$ .

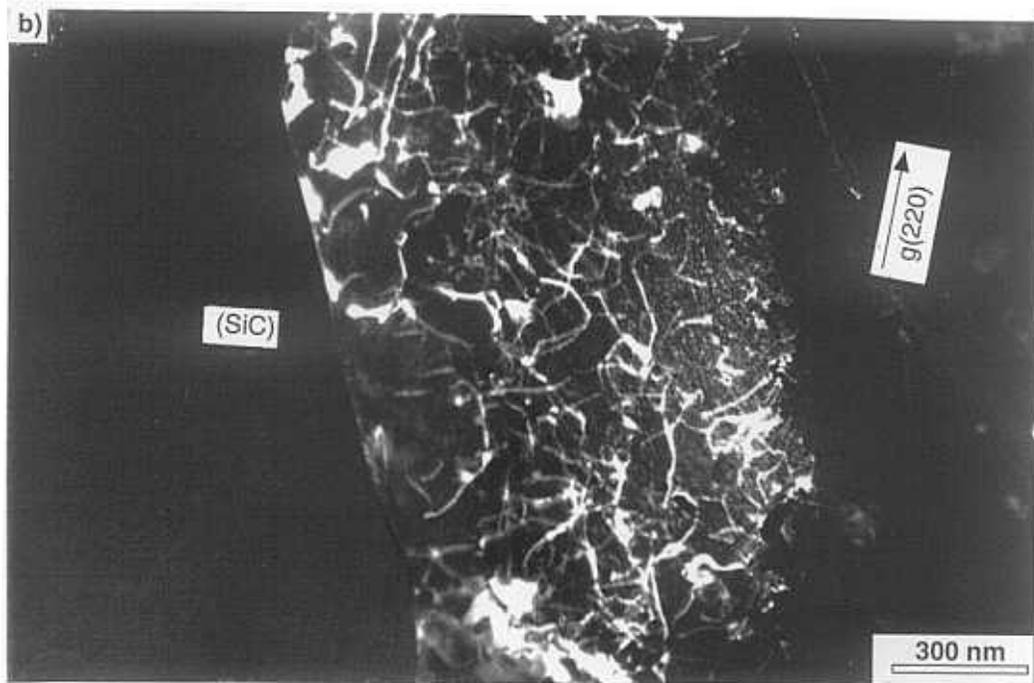


Figura 4.13: Distribución de dislocaciones en la vecindad de las partículas de refuerzo. a) Imagen en campo claro tomada en la orientación  $B=\langle 011 \rangle$ . b) Imagen en campo oscuro (CDF) realizada en la orientación de dos haces.

#### 4.1.4 Mecanismos de rotura

Este apartado presenta el análisis de los mecanismos de rotura de la aleación y del material compuesto, realizado a través del estudio fractográfico de las probetas ensayadas y del análisis de las secciones transversales a la superficie de fractura.

##### *Aleación sin reforzar*

Las probetas de la aleación en condición T4 presentaron el aspecto típico de rotura por cizalla, donde el plano de fractura formó un ángulo de  $45^\circ$  con el eje de carga (figura 4.14a). Las superficies de rotura de las probetas ensayadas en la condición T651 fueron mucho más abruptas. En ellas

aparecieron crestas afiladas que revelaron un mecanismo de rotura más frágil (figura 4.14b).

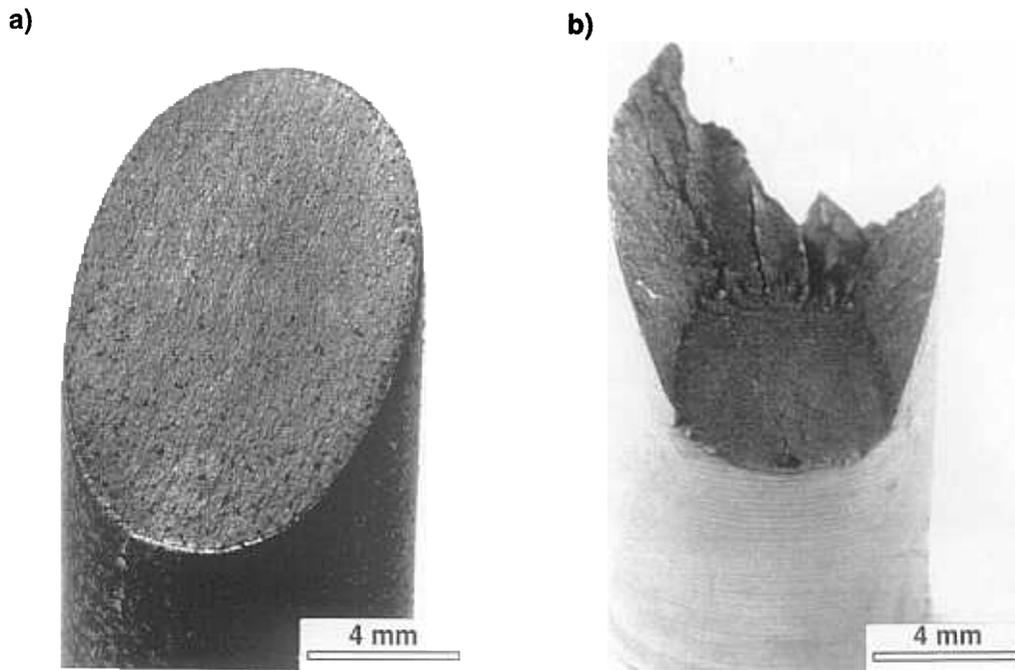


Figura 4.14: Probetas de la aleación sin reforzar ensayadas a tracción. a) Condición T4. b) Condición T651.

El aspecto de la superficie de fractura de la aleación ensayada en la condición T4 fue característico de un proceso de rotura por cizalla dúctil transgranular (figura 4.15). Se nucleó una grieta durante la deformación de la aleación que se propagó en la dirección de máxima cizalla a través del interior de los granos del material provocando la rotura. El estudio de los mecanismos de deformación de la aleación mostró que las dislocaciones se concentraron en bandas de deslizamiento durante el ensayo de tracción (figura 4.10). La deformación plástica en estas estructuras es muy elevada y probablemente sobre ellas se nucleó la fisura que desencadenó el proceso de rotura.

El proceso de rotura de la aleación en condición T651 comenzó al nuclearse una grieta en las fronteras de grano debido a la concentración de tensiones producida por el apilamiento de dislocaciones en dicha región. Estas fisuras se propagaron por los bordes de grano del material (figuras 4.16a y 4.17). En algunas zonas el crecimiento de la grieta tuvo

lugar en la dirección de extrusión, paralelamente al eje de carga, debido a la anisotropía de los granos fuertemente orientados en esa dirección (figura 4.17). Estas grietas son responsables de la aparición de regiones abruptas observadas en la superficie de fractura (figura 4.16b) así como de la formación de grietas secundarias (figura 4.16c) que se propagaron a través de las fronteras de grano de la aleación (figura 4.17b). La rotura final se produjo por la propagación de una grieta en la dirección de máxima cizalla.

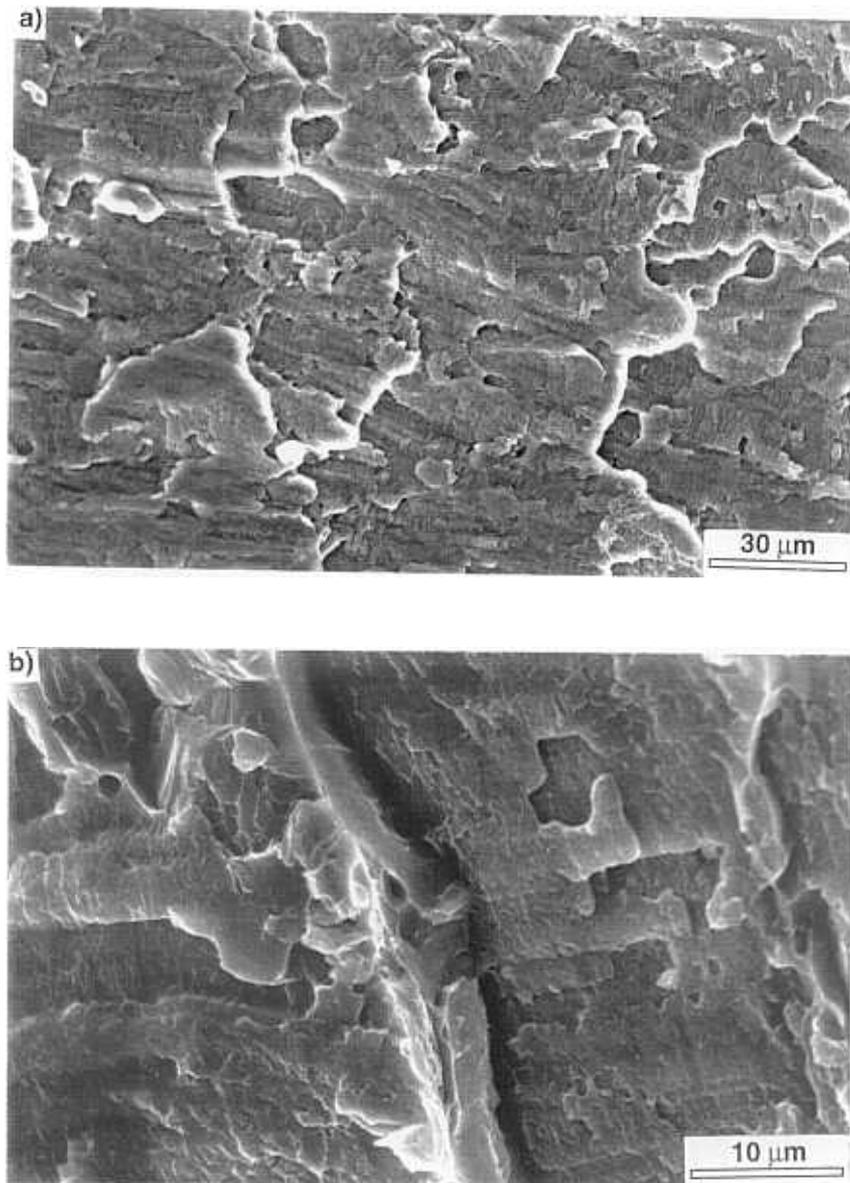


Figura 4.15: a) Superficie de fractura de la aleación ensayada bajo carga monótona en la condición T4. b) Detalle mostrando la naturaleza dúctil del proceso de rotura.

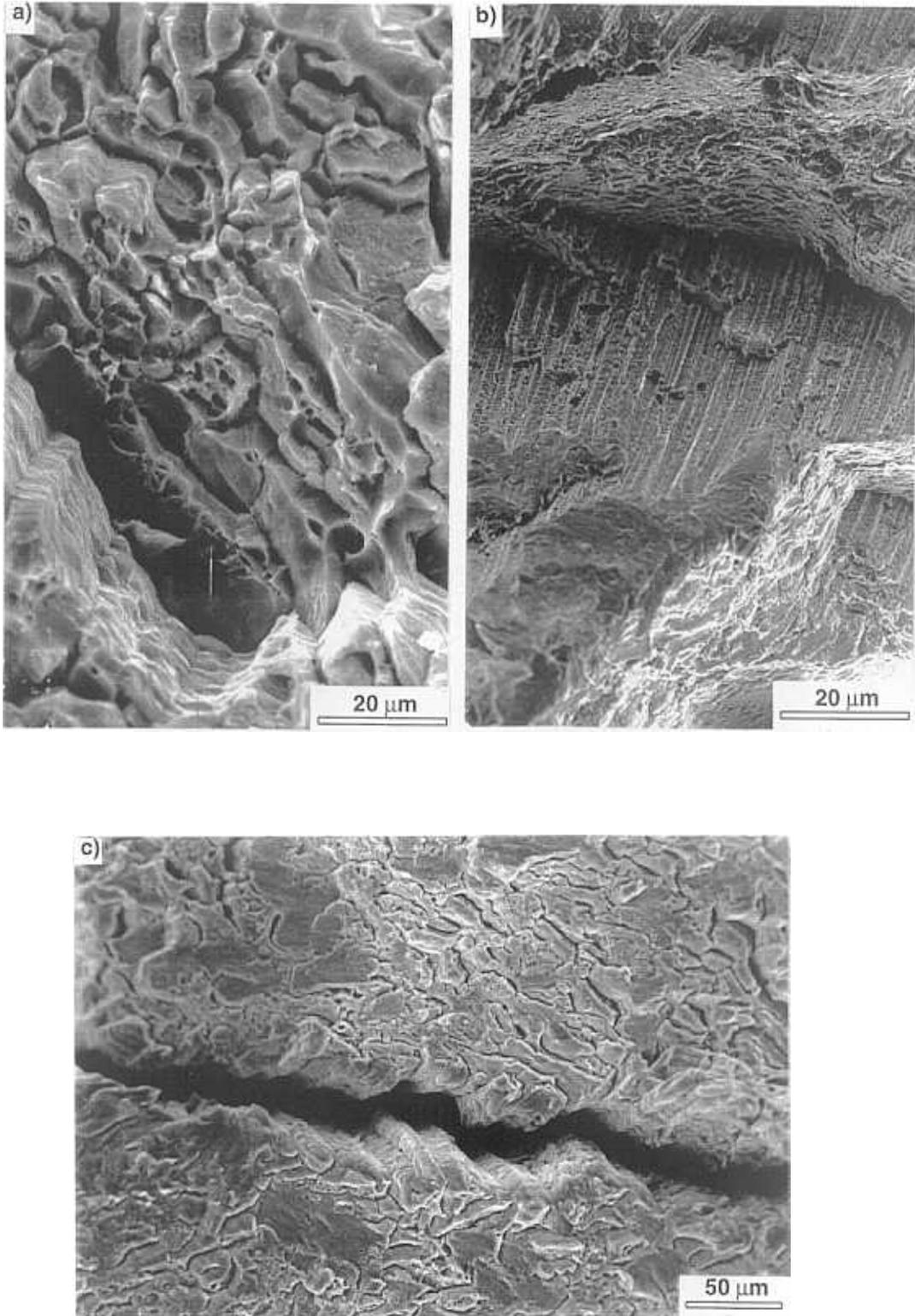


Figura 4.16: Superficie de fractura de la aleación ensayada bajo carga monótona en la condición T651. a) Facetas características de rotura intergranular. b) Zonas abruptas de la superficie de fractura, donde se observa que la grieta se propagó a través de las fronteras de los granos de la aleación orientados en la dirección de extrusión. c) Grietas secundarias producidas por delaminación de las fronteras de grano.

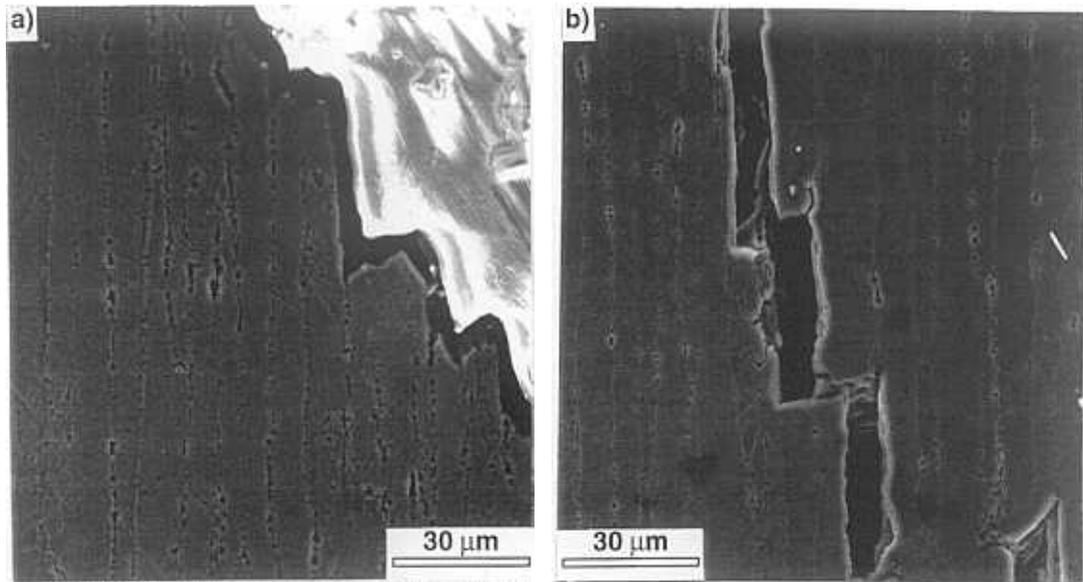


Figura 4.17: a) Perfil de la grieta en la aleación ensayada bajo carga monótona en la condición T651. b) Trayectoria de las grietas secundarias. Ambas micrografías fueron realizadas en contraste de electrones secundarios con la muestra ligeramente atacada.

### *Material compuesto*

Las probetas del material compuesto ensayadas en los tratamientos térmicos T4 y T651 aparecen en la figura 4.18. En ambos casos el aspecto macroscópico fue similar, y el plano de fractura fue perpendicular a la dirección de carga.

Durante el ensayo de tracción se produjo la transferencia de carga de la matriz al refuerzo, provocando la rotura progresiva de las partículas cerámicas durante la deformación. Se observaron partículas de SiC rotas por grietas perpendiculares al eje de carga en las secciones transversales a las superficies de fractura de las probetas de material compuesto, incluso lejos de la superficie de rotura (figura 4.19).

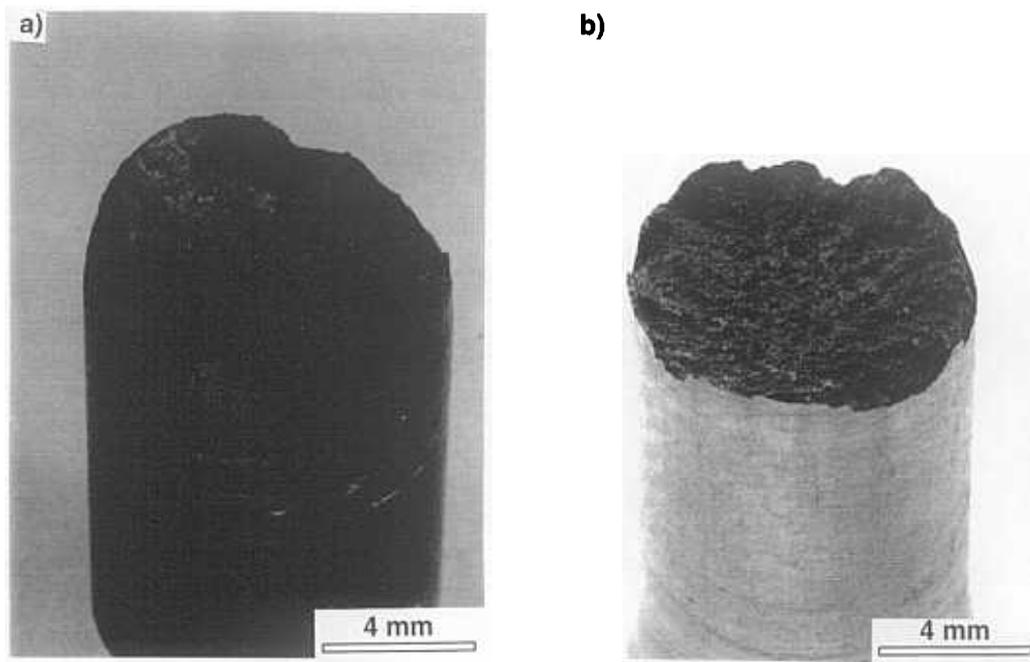


Figura 4.18: Probetas del material compuesto ensayadas bajo carga monótona. a) Condición T4. b) Condición T651.

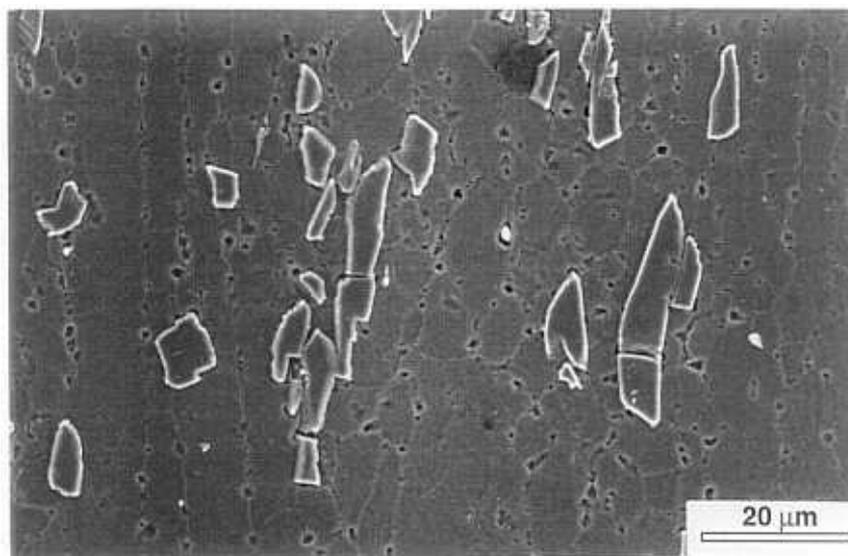


Figura 4.19: Partículas fracturadas en el material compuesto ensayado bajo carga monótona en la condición T651. La imagen fue tomada en contraste de electrones secundarios con la muestra ligeramente atacada, lejos de la superficie de fractura.

Las características geométricas de las partículas de SiC fracturadas durante el ensayo para los dos tratamientos térmicos estudiados se presentan la tabla 4.2, donde se incluyen el área (A), la longitud

característica ( $D$ ) obtenida como raíz cuadrada del área, la dimensión mayor, ( $D_{\text{máx}}$ ), la dimensión menor ( $D_{\text{mín}}$ ) y el factor de forma ( $F.F$ ) entendido como el cociente entre las dimensiones mayor y menor de la partícula. Los valores medios del tamaño y del factor de forma de los refuerzos fracturados fueron superiores a los medidos sobre el conjunto de todas las partículas de refuerzo. Este hecho indica que la geometría del refuerzo influyó en el proceso de rotura de las partículas cerámicas durante la deformación. Las partículas de mayor tamaño y de forma alargada, orientadas en la dirección de carga, se rompieron con mayor frecuencia que aquellas más pequeñas y de forma equiaxial, con un factor de forma próximo a la unidad.

Tabla 4.2: Características geométricas de las partículas de refuerzo fracturadas durante la deformación del material compuesto.

Partículas rotas					
Tratamiento	$A \pm DE$ ( $\mu\text{m}^2$ )	$D \pm DE$ ( $\mu\text{m}^2$ )	$D_{\text{máx}} \pm DE$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_{\text{mín}} \pm DE$ ( $\mu\text{m}$ )	$F.F \pm DE$
T651	$94 \pm 67$	$9.7 \pm 3.4$	$16.8 \pm 7.0$	$6.9 \pm 2.8$	$2.6 \pm 1.3$
T4	$82 \pm 50$	$9.0 \pm 2.8$	$17.3 \pm 6.4$	$6.1 \pm 2.7$	$3.2 \pm 1.7$
Total partículas					
Tratamiento	$A \pm DE$ ( $\mu\text{m}^2$ )	$D \pm DE$ ( $\mu\text{m}^2$ )	$D_{\text{máx}} \pm DE$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_{\text{mín}} \pm DE$ ( $\mu\text{m}$ )	$F.F \pm DE$
T651	$64 \pm 47$	$8.0 \pm 2.9$	$12.9 \pm 4.9$	$6.1 \pm 2.6$	$2.3 \pm 1.1$
T4	$59 \pm 41$	$7.7 \pm 2.7$	$13.0 \pm 5.1$	$5.7 \pm 2.3$	$2.5 \pm 1.3$

La relación entre el porcentaje de partículas rotas y el tamaño de las mismas se ha recogido en la figura 4.20. La probabilidad de fractura del refuerzo creció al aumentar su tamaño, mientras que las partículas con un tamaño inferior a  $5 \mu\text{m}$  raramente se encontraron rotas. La influencia del tamaño de las partículas en el proceso de rotura del refuerzo debe entenderse teniendo en cuenta la naturaleza frágil del SiC. Su tensión de rotura viene determinada por el mayor defecto presente en la partícula. Al aumentar el tamaño de los refuerzos aumenta la probabilidad de que haya defectos más grandes y, como consecuencia, disminuye la tensión necesaria para provocar la fractura de la partícula.

La fracción de partículas rotas en función del factor de forma se encuentra recogida en la figura 4.21, donde se puede observar que la probabilidad de encontrar un refuerzo fracturado creció al aumentar su factor de forma. Este hecho refleja que la transferencia de carga de la matriz al refuerzo resultó más eficiente cuanto más alargadas fueron las partículas cerámicas. La tensión soportada por los refuerzos con un factor de forma elevado fue mayor y se alcanzó la tensión de rotura en un mayor número de partículas.

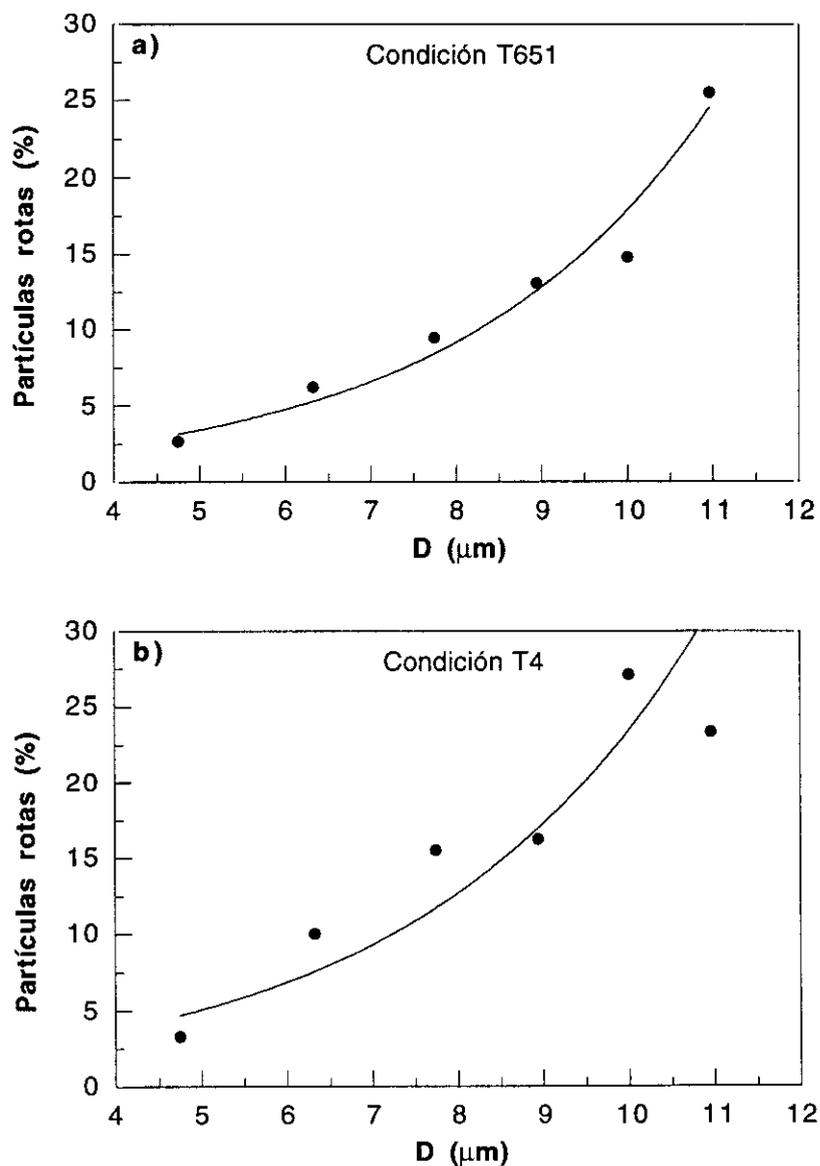


Figura 4.20: Influencia del tamaño del refuerzo en el proceso de rotura. a) Condición T651. b) Condición T4.

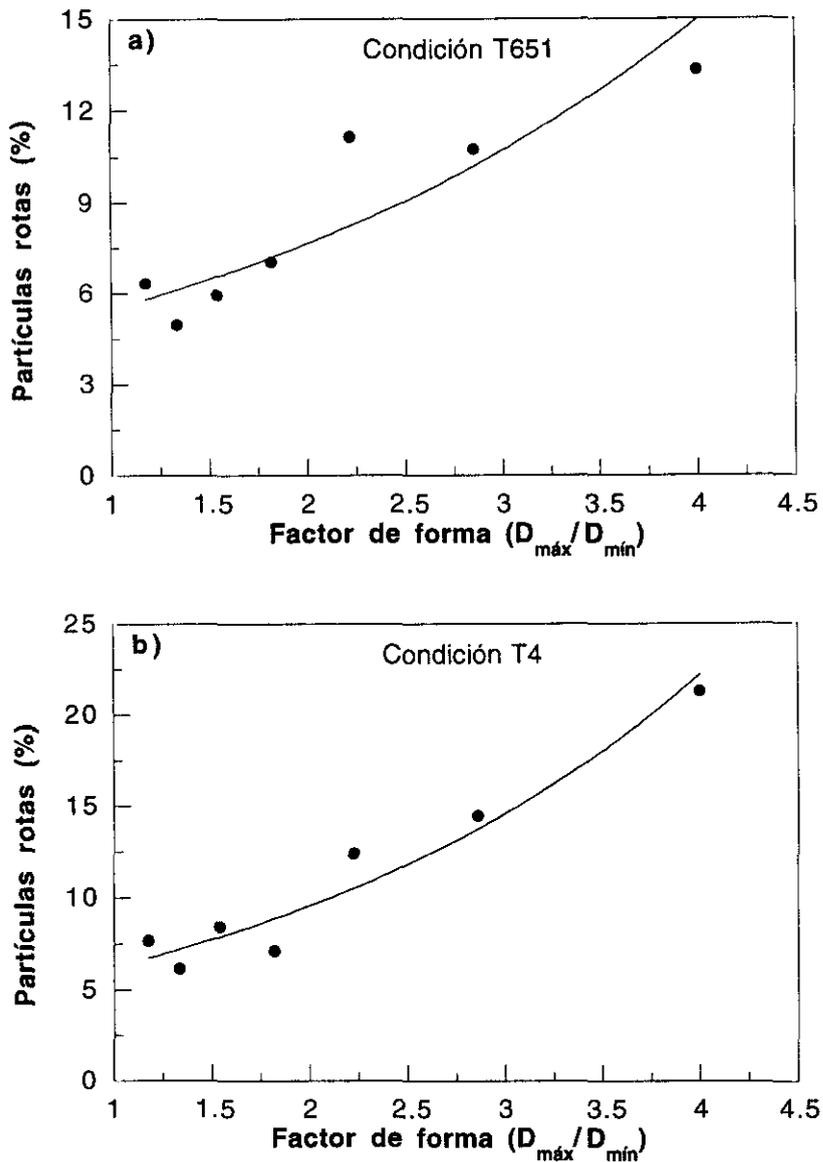


Figura 4.21: Influencia de la forma del refuerzo en el proceso de rotura. a) Condición T651. b) Condición T4.

La fracción de refuerzos fracturados disminuyó suavemente al aumentar la distancia a la superficie de fractura. El porcentaje de partículas rotas observado a dos milímetros de la sección de rotura alcanzó valores importantes, especialmente en la condición T4. Lejos de la superficie de fractura la fracción de partículas rotas fue del orden del 5%. Este valor es muy cercano al medido sobre el material sin ensayar (figura 4.22).

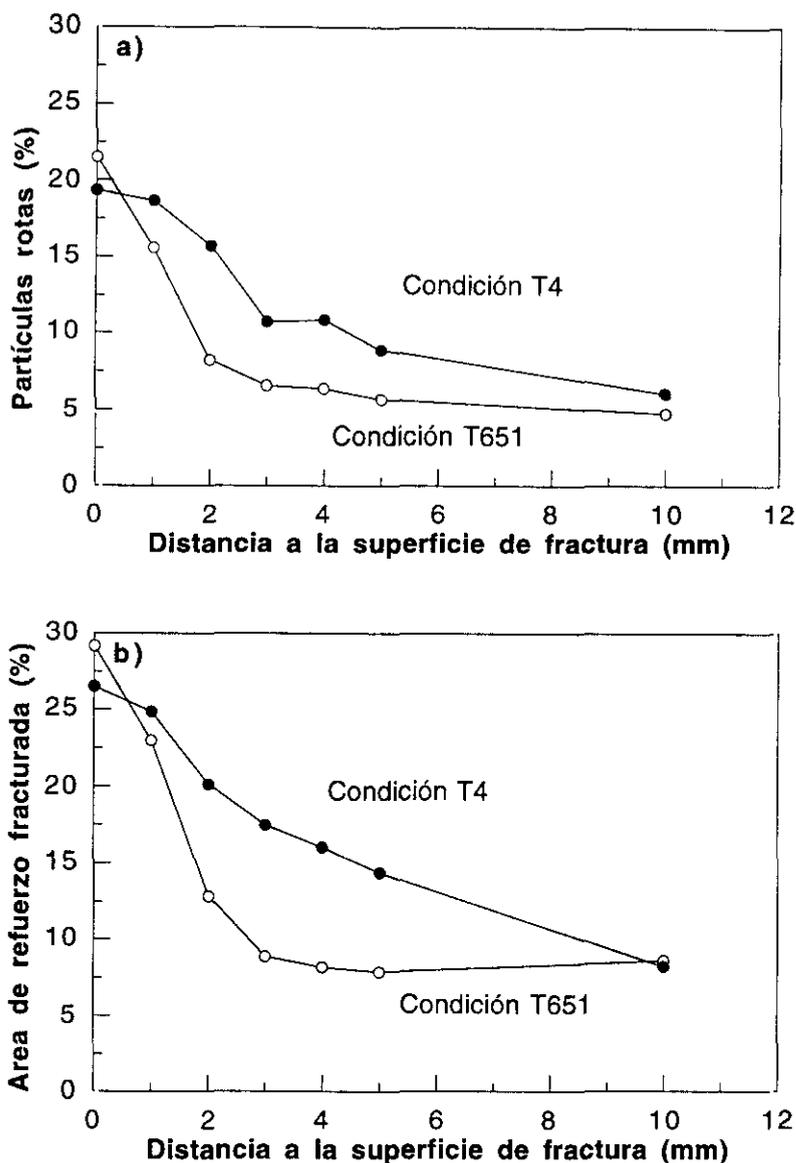


Figura 4.22: Distribución de los refuerzos fracturados durante el ensayo en función de la distancia a la superficie de fractura. a) Partículas rotas. b) Área de refuerzo fracturada.

Esta concentración del daño en torno a la superficie de fractura puede entenderse considerando dos etapas en el proceso de rotura de los MCM. Inicialmente se transfirió la carga de la matriz al refuerzo y comenzaron a romperse aquellas partículas donde apareció una mayor concentración de tensiones o en las que había defectos de mayor tamaño liberando la carga que han almacenado. Este proceso continuó mientras la matriz fue capaz de absorber la carga liberada por las partículas al romperse, y resulta más prolongado cuanto mayor sea la capacidad de endurecimiento por deformación de la matriz.

La segunda etapa del proceso de fractura comenzó al saturarse la matriz. La carga liberada por la rotura del refuerzo pasó inmediatamente a las partículas más próximas, produciéndose una reacción en cadena y una localización del daño en una sección de la probeta. Durante esta etapa la capacidad de endurecimiento por deformación del material se redujo rápidamente como consecuencia de la rotura de las partículas cerámicas y el compuesto alcanzó la inestabilidad plástica.

El porcentaje total de partículas rotas que se midió en la condición T4 fue mayor que el observado en la condición T651 y aparecieron distribuidas más homogéneamente a lo largo de la probeta. Este resultado está de acuerdo con el mecanismo descrito en los párrafos anteriores. La capacidad de endurecimiento por deformación de la matriz en la condición T4 se prolonga mucho más que en la condición T651 y, por tanto, la primera etapa del proceso de fractura caracterizado por la rotura homogénea del refuerzo es más prolongado. En la condición T651, la matriz agotó rápidamente su capacidad de endurecimiento por deformación y por ese motivo la localización del daño en una sección del material se produjo para deformaciones muy reducidas.

Algunos refuerzos se decohesionaron durante la etapa final del proceso de rotura, y este mecanismo de daño tan solo se observó justo debajo de la superficie de fractura. La fracción de partículas decohesionadas en la condición T4 fue muy superior a la encontrada en la condición T651 y la mayor parte de estos refuerzos aparecían en zonas formadas por agrupaciones de partículas (figura 4.23a). Las decohesiones se observaron en partículas aisladas en la condición T651 (figura 4.23b). El mayor número de partículas decohesionadas en la condición T4, frente a los resultados en la condición T651, respondió a que las deformaciones plásticas en la matriz en rotura fueron muy superiores en esta condición. Las decohesiones se concentraron en las zonas con agrupaciones de partículas porque, como se indicó en la introducción, estas regiones constituyen lugares preferentes para que se produzca la decohesión del refuerzo debido a la concentración de deformaciones plásticas elevadas y fuertes tensiones hidrostáticas.

En las tablas 4.3 y 4.4 se recogen los distintos mecanismos de daño encontrados justo debajo de la superficie de fractura expresados según el porcentaje de partículas dañadas (tabla 4.3) y según la fracción de área de refuerzo dañada (tabla 4.4).

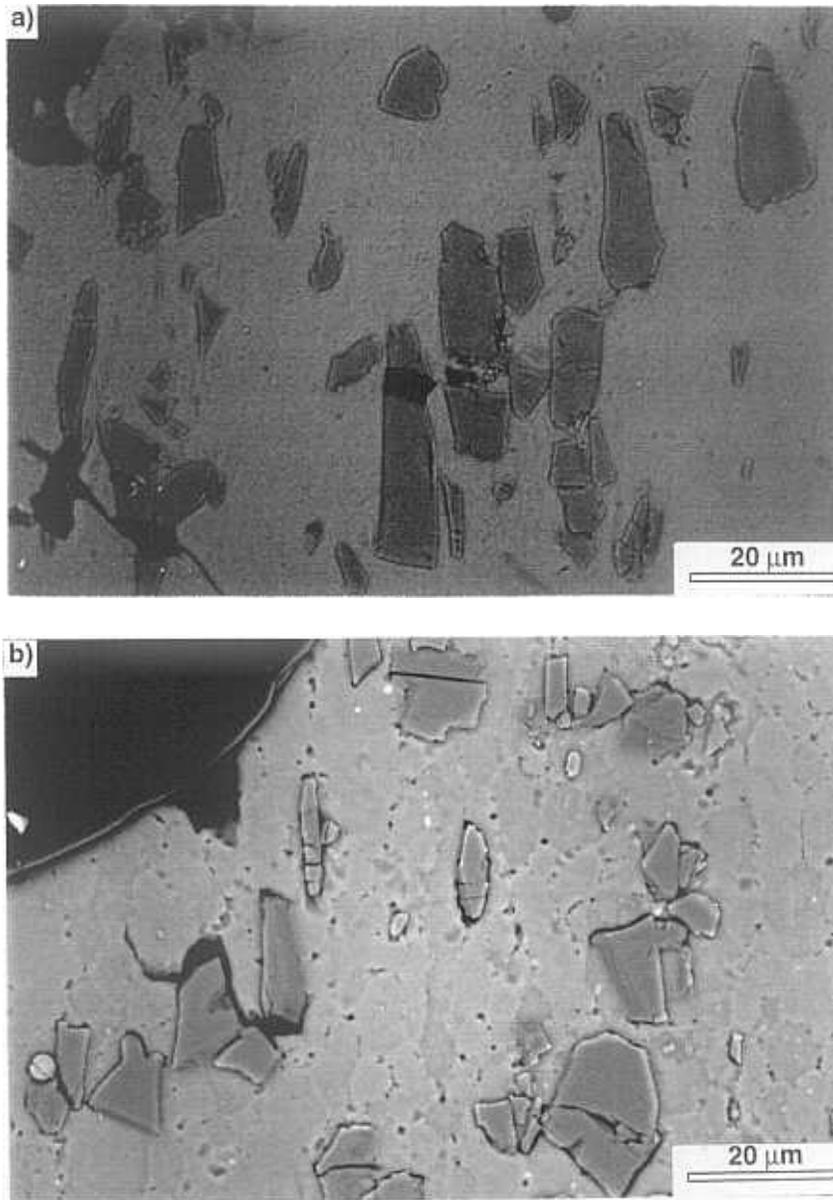


Figura 4.23: Vecindad de la superficie de rotura en los materiales compuestos. a) Condición T4. Se observan partículas decohesionadas en agrupaciones de refuerzos. La imagen fue tomada en contraste de electrones secundarios. b) Condición T651. Se observa una partícula aislada decohesionada. La imagen fue tomada en contraste de electrones retrodispersados con la muestra ligeramente atacada. .

Tabla 4.3: Diferentes mecanismos de daño en la sección donde se produjo la rotura (% partículas)

Tratamiento	T651	T4
Partículas rotas (%)	21.5	19.3
Partículas aisladas decohesionadas (%)	5.5	3.7
Agrupaciones de partículas decohesionadas (%)	-	12.8
Total partículas dañadas (%)	27.0	35.8

Tabla 4.4: Diferentes mecanismos de daño en la sección donde se produjo la rotura (% área de refuerzo)

Tratamiento	T651	T4
Area rota (%)	29.2	26.5
Area de partículas aisladas decohesionadas (%)	5.4	6.0
Area de agrupaciones de partículas decohesionadas (%)	-	10.8
Total área dañada (%)	34.6	43.3

El mecanismo final de la rotura del MCMM se estudió a partir del análisis fractográfico de las probetas ensayadas. Las superficies de fractura del material compuesto fueron características de un proceso de rotura por nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos (Van Stone et al 1985). Las cavidades se nuclearon en torno a las partículas de SiC dañadas durante el ensayo (figuras 4.24a y 4.25a). Sin embargo, los mecanismos de coalescencia de huecos fueron diferentes para cada tratamiento térmico, reflejando los diferentes mecanismos de rotura de las aleaciones sin reforzar.

La coalescencia de las cavidades nucleadas en torno a las partículas de SiC en la condición T4 se produjo a través de numerosos microhuecos nucleados por estricción de la matriz (figura 4.24b). Por el contrario, las cavidades nucleadas en torno a los refuerzos en la condición T651 se propagaron a través de las fronteras de grano según el mecanismo de rotura característico de la matriz (figura 4.25b).

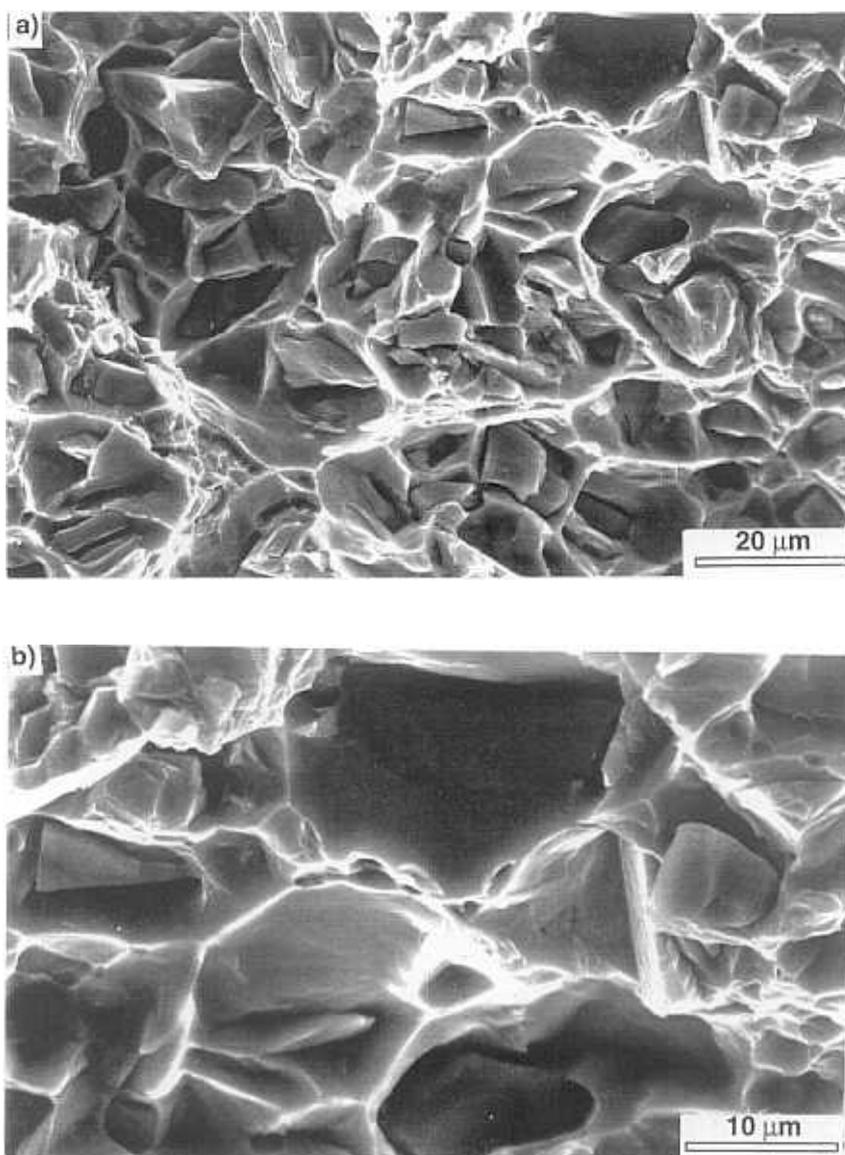


Figura 4.24: Superficie de fractura del material compuesto ensayado a tracción en la condición T4. a) El mecanismo de rotura fue la nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos en torno a las partículas de refuerzo. b) La coalescencia de huecos en la condición T4 se produjo por estricción de la matriz.

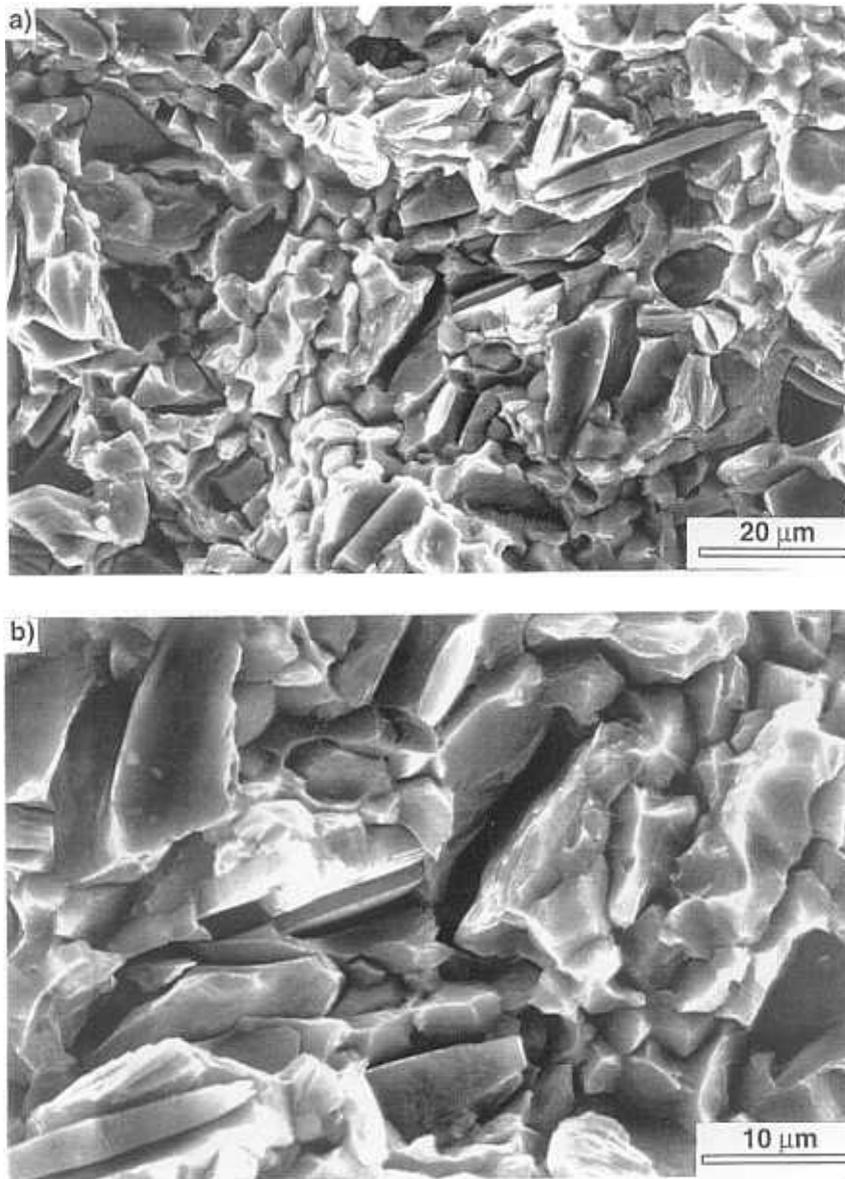


Figura 4.25: Superficie de fractura del material compuesto ensayado a tracción en la condición T651. a) El mecanismo de rotura fue la nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos en torno a las partículas de refuerzo. b) La coalescencia de huecos en la condición T651 se produjo a través de las fronteras de grano de la matriz.

## 4.2 COMPORTAMIENTO BAJO CARGA CÍCLICA

En primer lugar se describen las técnicas experimentales empleadas y a continuación se presentan los resultados obtenidos: respuesta cíclica y curva tensión-deformación cíclica, mecanismos de deformación y mecanismos de rotura.

### 4.2.1 Técnicas experimentales

Para estudiar la respuesta cíclica y la curva tensión-deformación cíclica se mecanizaron probetas (figura 4.26) para realizar ensayos de deformación cíclica en tracción-compresión en control de deformación. En todos los casos se utilizó una onda sinusoidal con una frecuencia de 1 Hz. El dispositivo de ensayo utilizado aparece en la figura 4.27.

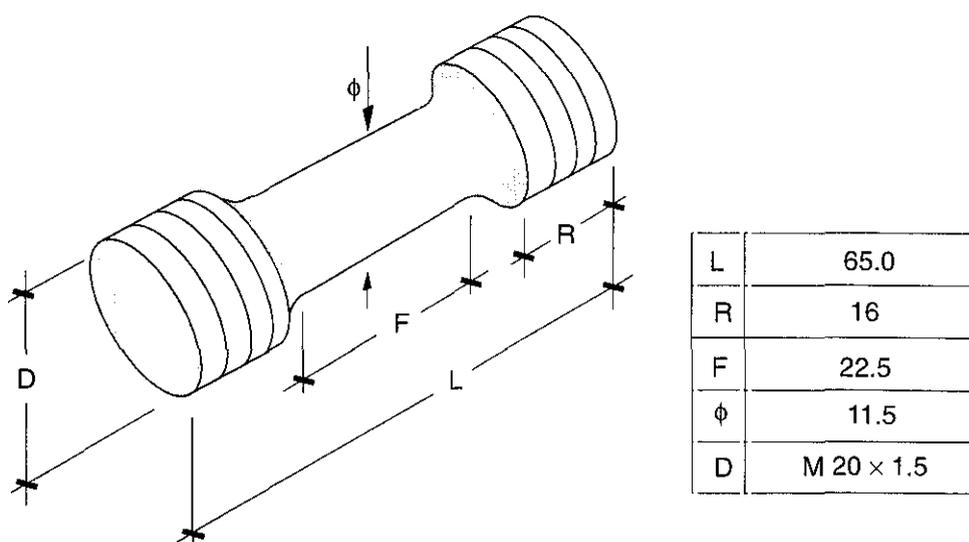


Figura 4.26: Geometría de las probetas utilizadas en los ensayos de deformación cíclica (todas las dimensiones vienen expresadas en mm).

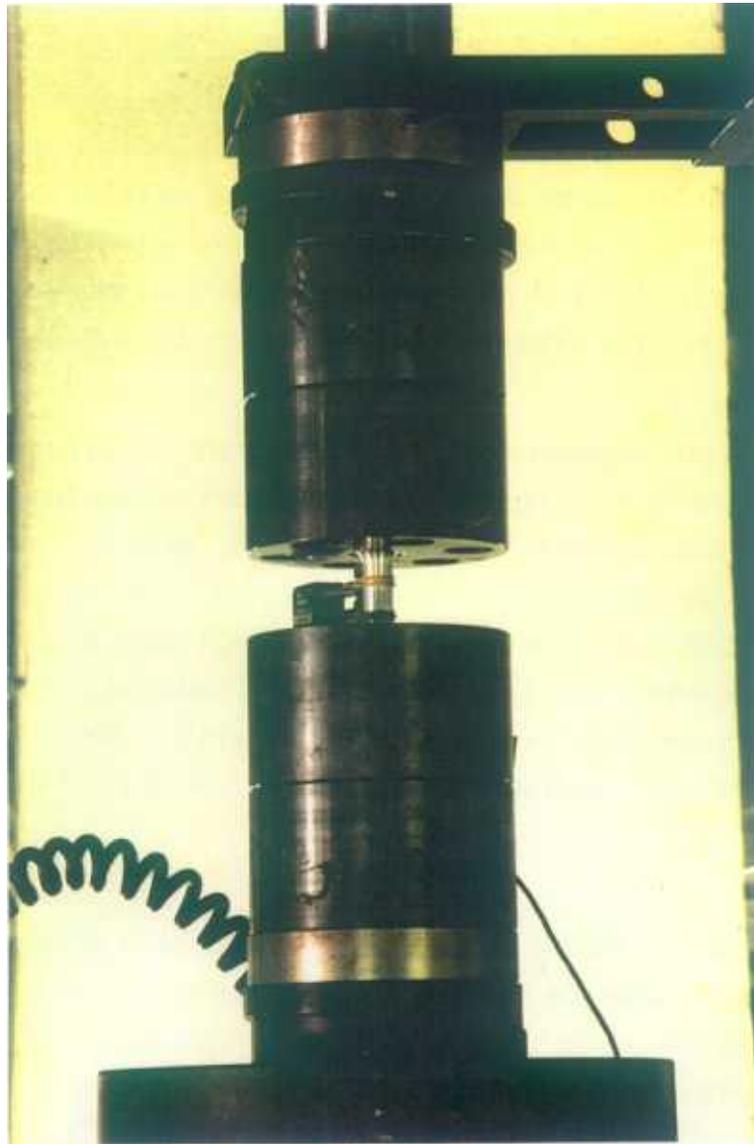


Figura 4.27: Dispositivo utilizado para realizar los ensayos de deformación cíclica.

Los ensayos con amplitud de deformación total constante hasta rotura permitieron estudiar la respuesta cíclica y medir la curva tensión-deformación cíclica de los materiales analizados. Todos los materiales se ensayaron utilizando siete semiamplitudes de deformación: 0.2%, 0.3%, 0.4%, 0.5%, 0.6%, 0.7% y 0.8%. En el material compuesto en la condición T651 no se realizó el ensayo con semiamplitud de deformación del 0.8%.

La respuesta cíclica se estudió representando la evolución de la semiamplitud de tensión,  $\Delta\sigma/2$ , en función del número de ciclos de

deformación. El valor de  $\Delta\sigma/2$  se obtuvo como la semidiferencia de las tensiones máxima y mínima de cada ciclo. Las curvas tensión-deformación cíclica se obtuvieron representando la semiamplitud de tensión,  $\Delta\sigma/2$ , frente a la correspondiente semiamplitud de deformación,  $\Delta\varepsilon/2$ . Se tomaron los valores de  $\Delta\sigma/2$  para la mitad de la vida en fatiga en los materiales en la condición T651, que presentaron una respuesta cíclica prácticamente estable<sup>7</sup>, y el valor máximo de  $\Delta\sigma/2$  en los materiales en condición T4, que presentaron endurecimiento por deformación cíclica.

Se realizó una segunda serie de ensayos para obtener de nuevo la curva tensión-deformación cíclica de los materiales estudiados utilizando una probeta por material. En esta segunda serie de ensayos la semiamplitud de deformación inicial fue del 0.2% elevándose en incrementos del 0.1% hasta rotura. Se realizaron 20 ciclos de deformación para cada semiamplitud. Las curvas tensión-deformación cíclica se obtuvieron representando la semiamplitud de tensión,  $\Delta\sigma/2$ , frente a la correspondiente semiamplitud de deformación,  $\Delta\varepsilon/2$ , en el último ciclo realizado.

La superficie de fractura de las probetas ensayadas se estudió en el microscopio electrónico de barrido. Posteriormente algunas probetas se seccionaron por un plano perpendicular a la superficie de rotura y se prepararon para su estudio metalográfico<sup>8</sup>. Los mecanismos de rotura dominantes se analizaron mediante técnicas de metalografía cuantitativa.

Se realizó una terceraserie de ensayos donde las probetas fueron deformadas cíclicamente con amplitud de deformación constante sin llegar a rotura. La tabla 4.5 presenta las semiamplitudes de deformación,  $\Delta\varepsilon/2$ , y el número de ciclos, N, correspondientes a cada uno de estos ensayos en cada material. A partir de estas probetas se prepararon

---

<sup>7</sup>Se considera que un material presenta una respuesta cíclica estable cuando la amplitud de tensión se mantiene constante al ser sometido a deformación cíclica con amplitud de deformación constante.

<sup>8</sup>La preparación metalográfica fue similar a la descrita en el apartado 3.2.

muestras para estudiarlas en el microscopio electrónico de transmisión, y analizar los mecanismos dominantes de deformación cíclica.

Tabla 4.5: Características de los ensayos de deformación cíclica realizados para estudiar los mecanismos de deformación.

	$\Delta\varepsilon/2$ (%)	N
8090 T4	0.4	1000
8090+SiC T4	0.4	500
8090 T651	0.6	50
8090+SiC T651	0.5	40

#### 4.2.2 Propiedades mecánicas bajo carga cíclica

La respuesta cíclica de los materiales estudiados resultó muy sensible a los tratamientos térmicos a que fueron sometidos. La aleación sin reforzar y el MCMM en condición T651 se mantuvieron estables hasta rotura para semiamplitudes de deformación inferiores al 0.5%. Para valores mayores de  $\Delta\varepsilon/2$  apareció un ligero ablandamiento en las etapas próximas a la rotura (figura 4.28). La tensión en el compuesto fue mayor que en la aleación sin reforzar para semiamplitudes de deformación inferiores al 0.6%, debido a su mayor módulo de Young. A semiamplitudes de deformación más altas las tensiones encontradas en la aleación sin reforzar y en el compuesto fueron similares.

La respuesta cíclica de la aleación en la condición T4 resultó estable cuando la semiamplitud de deformación fue igual a 0.2% y el material se mantuvo en régimen elástico. Para semiamplitudes de deformación mayores, la aleación endureció durante todo el proceso de deformación cíclica. Al aumentar la semiamplitud de deformación por encima del 0.3% apareció una segunda zona de endurecimiento donde el incremento en  $\Delta\sigma/2$  con el número de ciclos fue más suave (figura 4.29a). El material compuesto en condición T4 también endureció durante todo el proceso de deformación cíclica. Para semiamplitudes de deformación superiores

al 0.3% también pudieron observarse las dos zonas de endurecimiento en el compuesto (figura 4.29b). La tensión en el compuesto fue mayor que en la aleación sin reforzar para todas las semiamplitudes de deformación consideradas.

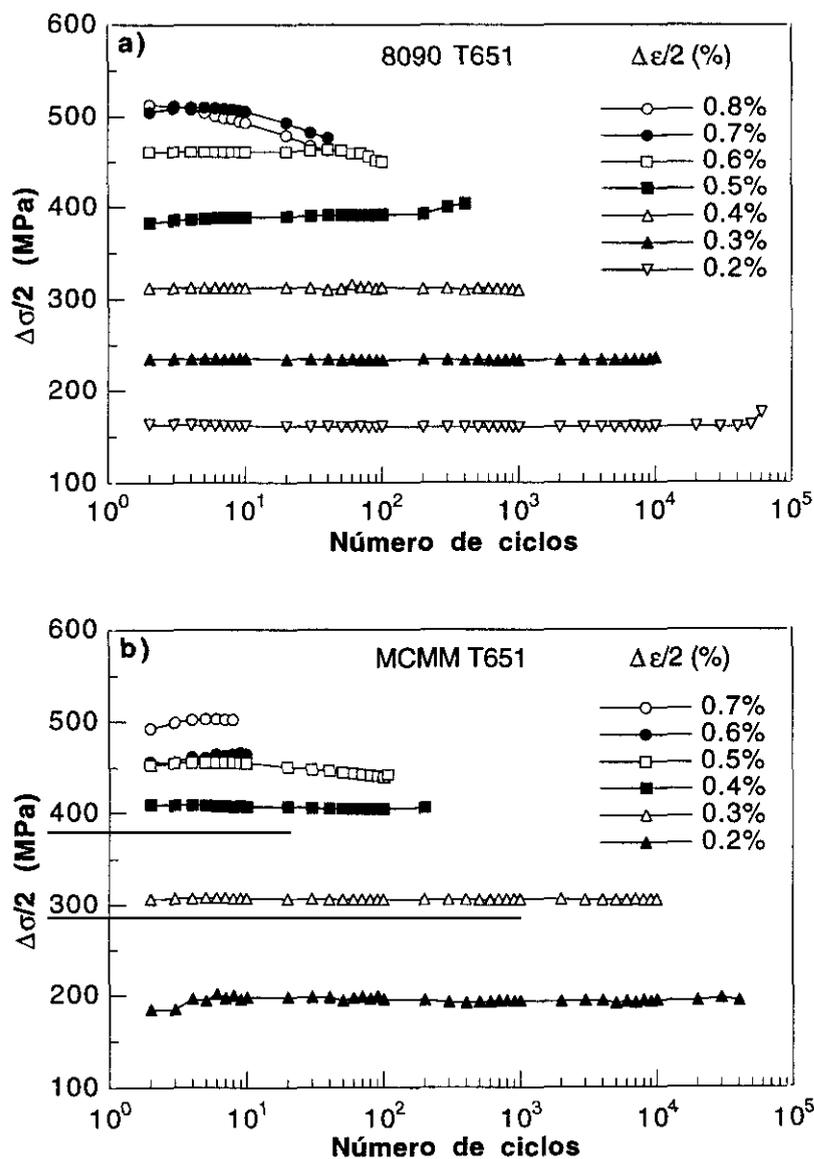


Figura 4.28: Respuesta cíclica de los materiales ensayados bajo carga cíclica en condición T651. a) Aleación sin reforzar. b) Material compuesto.

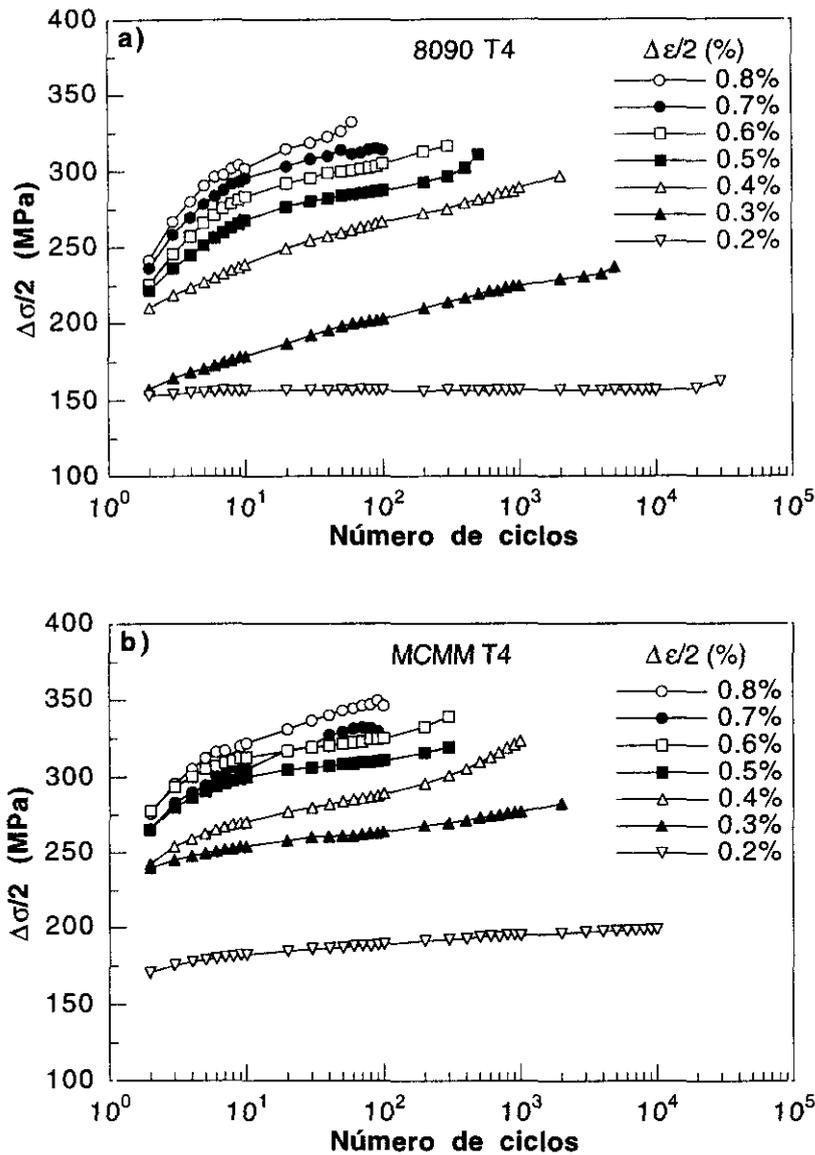


Figura 4.29: Respuesta cíclica de los materiales ensayados bajo carga cíclica en condición T4. a) Aleación sin reforzar. b) Material compuesto.

Las curvas tensión-deformación cíclica obtenidas a partir de estos ensayos prácticamente coincidieron con las medidas al ensayar una probeta incrementando progresivamente la semiamplitud de deformación. Las figuras 4.30 (condición T651) y 4.31 (condición T4) representan los resultados obtenidos mediante los dos tipos de ensayos. Se han incluido también las curvas tensión-deformación en tracción para compararlas con las medidas bajo carga cíclica.

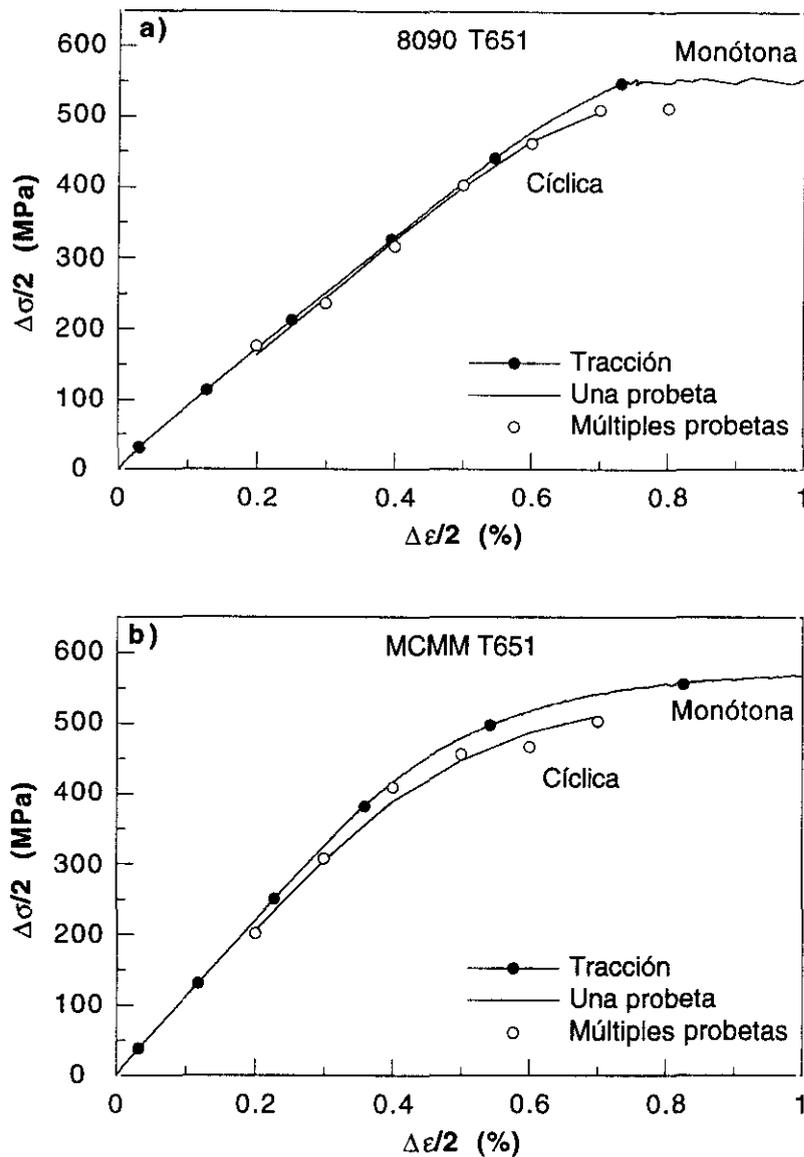


Figura 4.30: Curvas tensión-deformación monótona y cíclica de los materiales ensayados en la condición T651. a) Aleación sin reforzar. b) Material compuesto.

La curva tensión-deformación cíclica de la aleación sin reforzar en la condición T651 prácticamente coincidió con la curva tensión-deformación monótona para semiamplitudes de deformación inferiores a 0.6%. Para semiamplitudes de deformación mayores la aleación ablandó ligeramente por deformación cíclica (figura 4.30a). El material compuesto presentó un comportamiento similar, ablandando por deformación cíclica para semiamplitudes de deformación superiores a 0.3% (figura 4.30b).

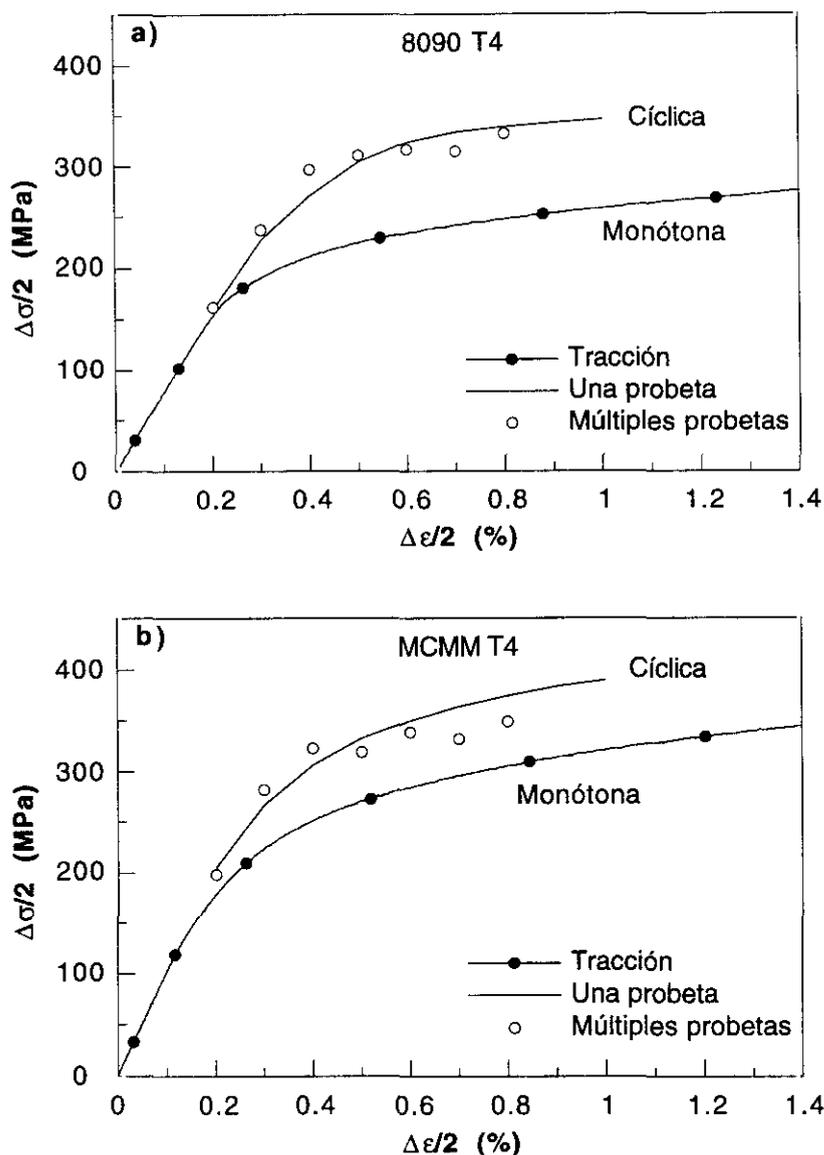


Figura 4.31: Curvas tensión-deformación monótona y cíclica de los materiales ensayados en la condición T4. a) Aleación sin reforzar. b) Material compuesto.

La aleación sin reforzar y el material compuesto en condición T4 presentaron endurecimiento por deformación cíclica para todas las semiamplitudes de deformación consideradas (figura 4.31). El endurecimiento observado en la aleación sin reforzar fue ligeramente superior al medido sobre el material compuesto.

Las propiedades mecánicas bajo carga cíclica de los materiales estudiados (obtenidas a partir del ensayo incremental) aparecen en la tabla

4.6 junto con las propiedades mecánicas en tracción. Se incluyen el límite elástico monótono y cíclico,  $\sigma_y$  y  $\sigma_{yc}$ , la tensión de rotura bajo carga monótona y cíclica,  $\sigma_u$  y  $\sigma_{uc}$ , y las correspondientes deformaciones a rotura,  $\epsilon_u$  y  $\epsilon_{uc}$ .

Tabla 4.6: Propiedades mecánicas bajo carga monótona y cíclica.

	$\sigma_y$ (MPa)	$\sigma_{yc}$ (MPa)	$\sigma_u$ (MPa)	$\sigma_{uc}$ (MPa)	$\epsilon_u$ (%)	$\epsilon_{uc}$ (%)
8090 T4	222	321	438	346	12	1.0
8090+SiC T4	261	334	449	390	6	1.0
8090 T651	552	-	581	508	2.3	0.7
8090+SiC T651	523	510	568	510	1.5	0.7

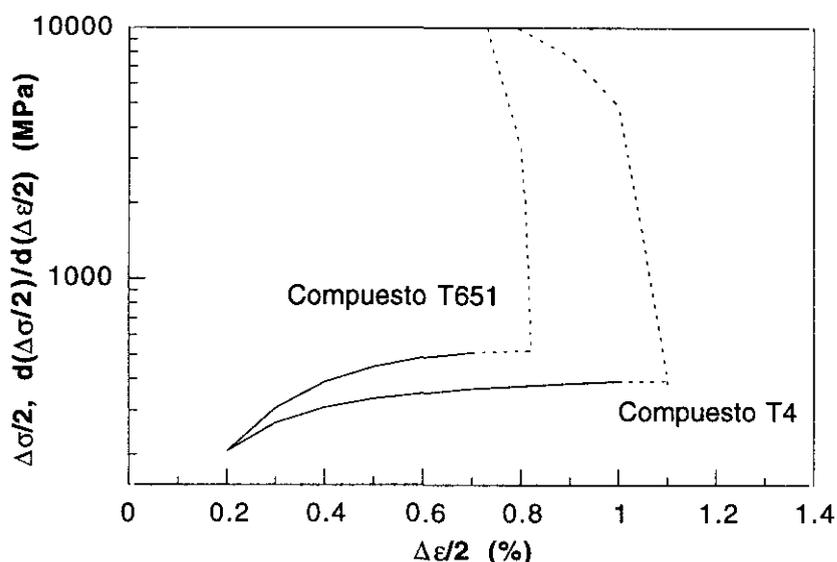


Figura 4.32: Curvas tensión-deformación cíclica (líneas continuas) junto con las correspondientes capacidades de endurecimiento por deformación (líneas discontinuas) en los materiales compuestos.

La ductilidad cíclica del MCM, medida en los ensayos incrementales, resultó muy próxima a la deformación para la que se produjo el comienzo de la inestabilidad plástica en los dos tratamientos térmicos estudiados (figura 4.32). Para obtener la capacidad de endurecimiento por deformación se ajustó analíticamente la parte final de las curvas tensión-deformación cíclica a una ley polinómica y se derivó la expresión obtenida. De este modo se obtuvo una aproximación

del valor de la capacidad de endurecimiento por deformación para semiamplitudes de deformación ligeramente superiores a las que aguantaron los materiales durante los ensayos de deformación cíclica. Esta extrapolación de la curva tensión-deformación cíclica se ha dibujado en la figura 4.32 con trazo discontinuo.

### 4.2.3 Mecanismos de deformación

El estudio de los mecanismos de deformación cíclica mediante técnicas de microscopía electrónica de transmisión comenzó con la aleación sin reforzar. Se analizaron las estructuras de dislocaciones en los tratamientos térmicos T651 y T4, y a continuación se evaluaron los cambios inducidos por la presencia del refuerzo cerámico en los MCM.

#### *Aleación sin reforzar*

El precipitado semicoherente S', presente en la aleación sin reforzar en condición T651, endureció el material según el mecanismo de Orowan de un modo similar al observado en la aleación deformada a tracción. Las dislocaciones formaron estructuras tridimensionales y quedaron atrapadas en las intercaras de los precipitados S' al deformar cíclicamente el material (figura 4.33a). Este mecanismo de deformación cíclica es característico de materiales donde aparecen precipitados no cizallables, como la fase S', y es responsable de la respuesta cíclica estable observada experimentalmente.

Al deformar la probeta las dislocaciones alcanzaron los precipitados semicoherentes quedando atrapadas en sus intercaras. Cuando la tensión cambió de signo, las dislocaciones se movieron en sentido inverso hasta encontrar otro obstáculo. De este modo, el movimiento de dislocaciones durante la deformación cíclica quedó reducido a la distancia entre precipitados S'. Las dislocaciones generadas durante el ensayo no llegaron

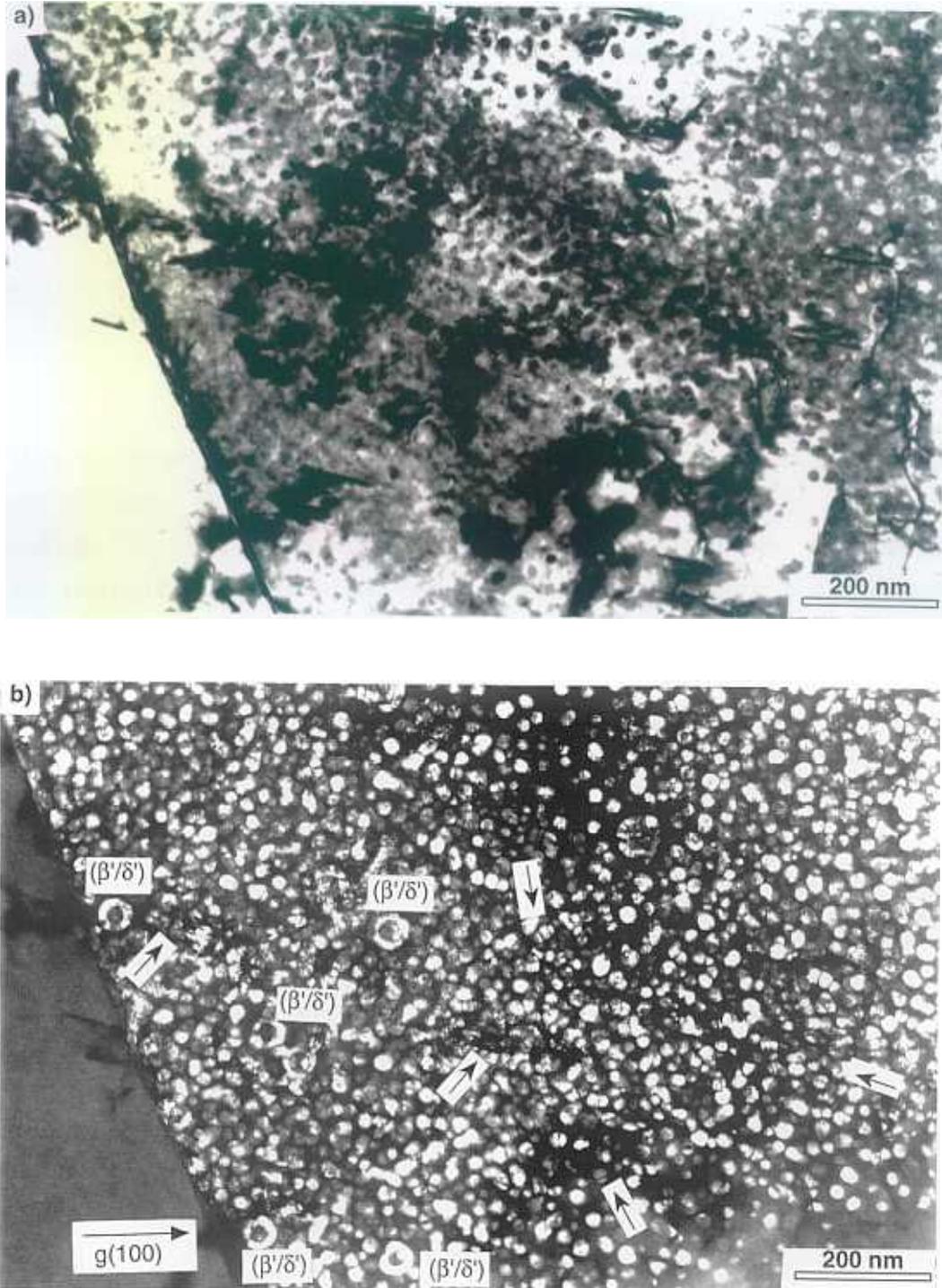


Figura 4.33: Aleación sin reforzar ensayada bajo carga cíclica en la condición T651,  $B=\langle 011 \rangle$ . a) Campo claro, donde pueden verse las dislocaciones decoradas por la fase S'. b) Campo oscuro (CDF) donde pueden verse los precipitados  $\delta'$  cizallados. La imagen se formó con una de las reflexiones de la estructura  $L1_2$  característica de la fase  $\delta'$ .

a interactuar entre ellas mismas al obstaculizarse su deslizamiento por la fase semicoherente  $\gamma$ , como consecuencia, el material no endureció por deformación cíclica (Calabrese et al 1974b y Laird 1975). Como era de esperar, las dislocaciones cizallaron la fase  $\delta'$  al deslizarse entre los precipitados  $S'$  (figura 4.33b).

El precipitado mayoritario de la aleación en condición T4 fue la fase  $\delta'$ , y no se observaron otras fases incoherentes o semicoherentes no cizallables por las dislocaciones. Al deformar la aleación las dislocaciones no encontraron obstáculos importantes e interactuaron entre ellas mismas. Como resultado aparecieron en el material distribuciones de dislocaciones desordenadas (figura 4.34) o estructuras reticulares (figura 4.35). Al desarrollarse los ciclos de deformación la generación de nuevas dislocaciones y su interacción provocaron el endurecimiento por deformación cíclica observado al comienzo del ensayo. Como se indicó en la introducción este mecanismo es característico de materiales endurecidos por precipitados coherentes no cizallables por dislocaciones (Calabrese et al 1974a y Laird 1975).

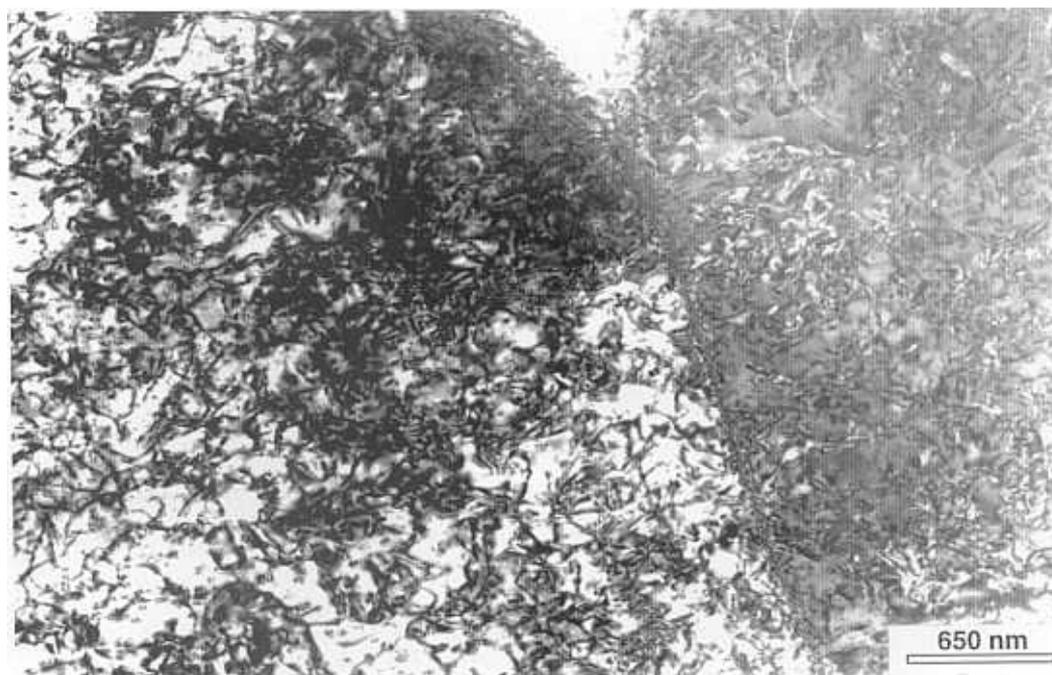


Figura 4.34: Aleación sin reforzar en condición T4 ensayada cíclicamente,  $B=\langle 011 \rangle$ . Imagen en campo claro donde pueden observarse estructuras desordenadas de dislocaciones.

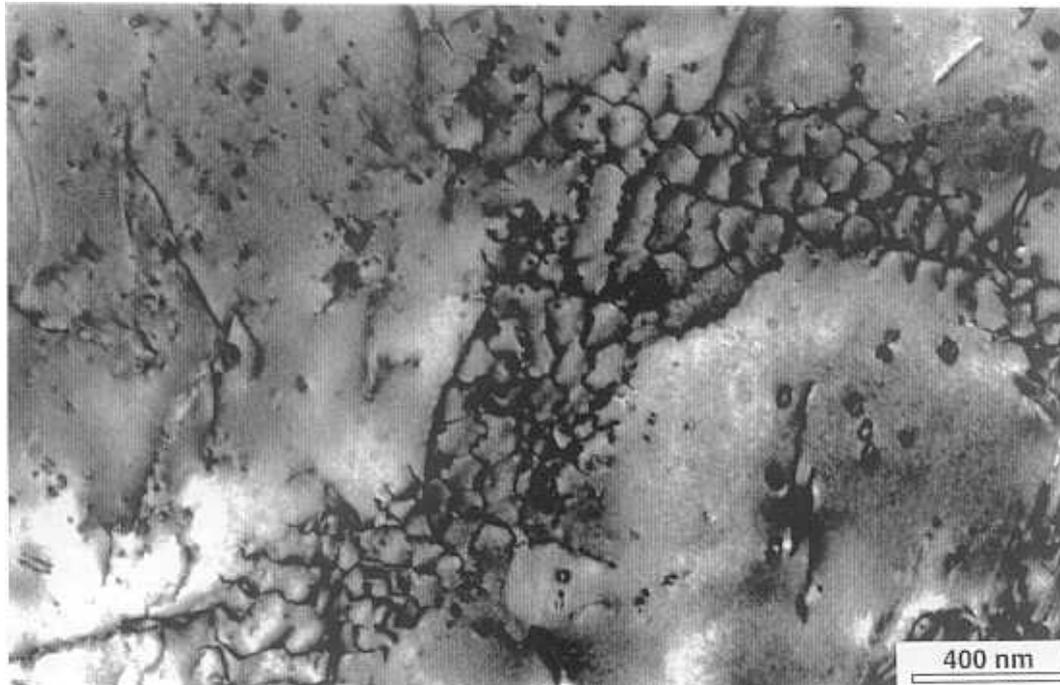


Figura 4.35: Aleación sin reforzar en condición T4 ensayada cíclicamente,  $B=\langle 011 \rangle$ . Imagen en campo claro donde pueden observarse dislocaciones formando una estructura reticular.

Al aumentar el número de ciclos de deformación, las dislocaciones cizallaron los precipitados  $\delta'$  favoreciendo la localización de la deformación en estructuras planas. Como consecuencia, las dislocaciones se concentraron en bandas de deslizamiento intensas en algunos granos (figura 4.36). La cizalla repetida de la fase  $\delta'$  en estos granos dio lugar a una disminución de la tensión necesaria para producir el movimiento de las dislocaciones. La competición entre este fenómeno de ablandamiento y el endurecimiento provocado por la interacción entre dislocaciones, en aquellos granos donde la deformación no se localizó en bandas de deslizamiento intensas, fue responsable de la región de endurecimiento más lento observada en la respuesta cíclica de la aleación (Calabrese et al 1974a, Laird 1975 y Vyletel et al 1993).

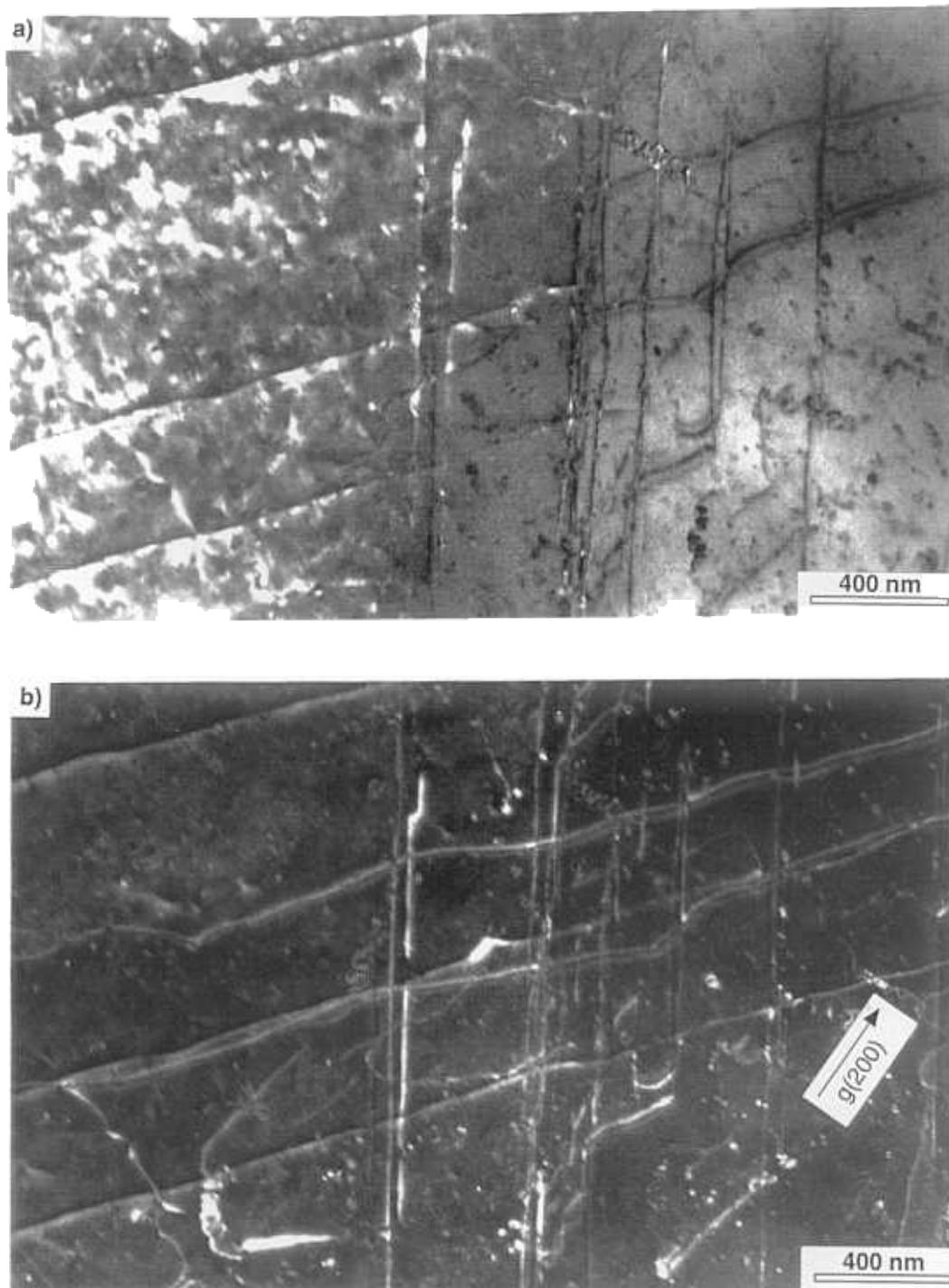


Figura 4.36: Aleación sin reforzar en condición T4 ensayada cíclicamente y observada en la condición de dos haces, mostrando la aparición de bandas de deslizamiento intensas. a) Campo claro. b) Campo oscuro (CDF).

### Material compuesto

Los mecanismos de deformación cíclica del material compuesto en la condición T651 fueron similares a los observados en la aleación sin reforzar. Las dislocaciones quedaron atrapadas en las intercaras de los precipitados S' (figura 4.37a) y cizallaron la fase  $\delta'$  al deslizarse entre los precipitados semicoherentes (figura 4.37b). La densidad de dislocaciones fue más elevada que la encontrada en la aleación sin reforzar especialmente en la intercara partícula-matriz (figura 4.38).

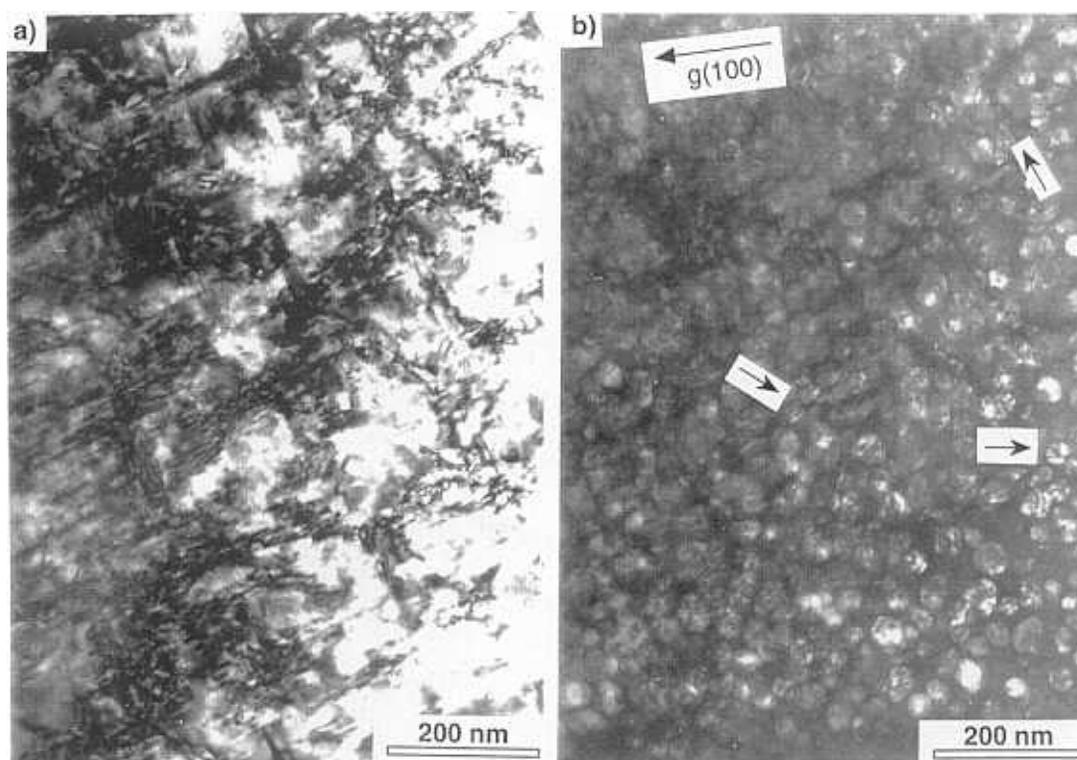


Figura 4.37: Material compuesto ensayado cíclicamente en la condición T651,  $B=\langle 011 \rangle$ . a) Campo claro, donde pueden verse las dislocaciones decoradas por la fase S'. b) Campo oscuro (CDF) donde pueden verse los precipitados  $\delta'$  cizallados. La imagen se formó con una de las reflexiones de la estructura  $L1_2$  característica de la fase  $\delta'$ .

Al igual que en la aleación sin reforzar, la microestructura del MCMM en condición T4 no presentó fases semicoherentes o incoherentes no cizallables por las dislocaciones. La ausencia de estos obstáculos permitió que las dislocaciones generadas durante la deformación cíclica

interaccionaran entre sí configurando estructuras desordenadas (figura 4.39). Este mecanismo provocó el endurecimiento por deformación cíclica observado en el compuesto, de modo similar al encontrado en la aleación sin reforzar (Allison et al 1993 y Vyletel et al 1993). Como la densidad de dislocaciones presente en el MCMM antes del ensayo fue más elevada que la encontrada en la aleación sin reforzar, el endurecimiento por deformación cíclica de aquel fue menor que en la aleación sin reforzar.

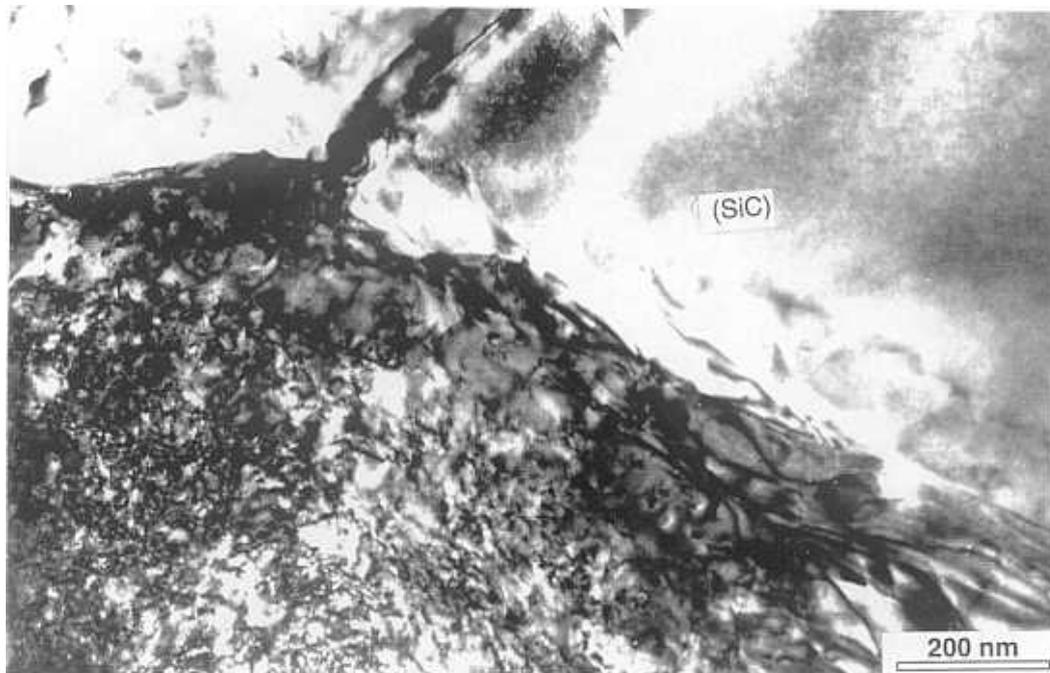


Figura 4.38: Intercara partícula-matriz en el material compuesto ensayado cíclicamente en la condición T651. La imagen se realizó en campo claro en la orientación  $B=\langle 011 \rangle$ .

El recorrido libre medio de las dislocaciones en el material compuesto se redujo por la disminución del tamaño de grano y, principalmente, por el aumento en la densidad de dislocaciones. La interacción entre dislocaciones aumenta al incrementarse su densidad, reduciendo la tendencia a localizar la deformación en estructuras planas. Como consecuencia, no aparecieron bandas de deslizamiento intensas al desarrollarse los ciclos de deformación en el compuesto. La reducción de la tendencia a localizar la deformación en bandas de deslizamiento se ha observado en otros MCMM (Vyletel et al 1993) como resultado de la

reducción del recorrido libre medio de las dislocaciones por la presencia del refuerzo cerámico. La región de endurecimiento más lento observada en la respuesta cíclica del MCMM se atribuyó a otros fenómenos de ablandamiento como la fractura progresiva de los refuerzos durante la deformación. Este mecanismo se aborda en el siguiente apartado dedicado a estudiar los mecanismos de rotura.

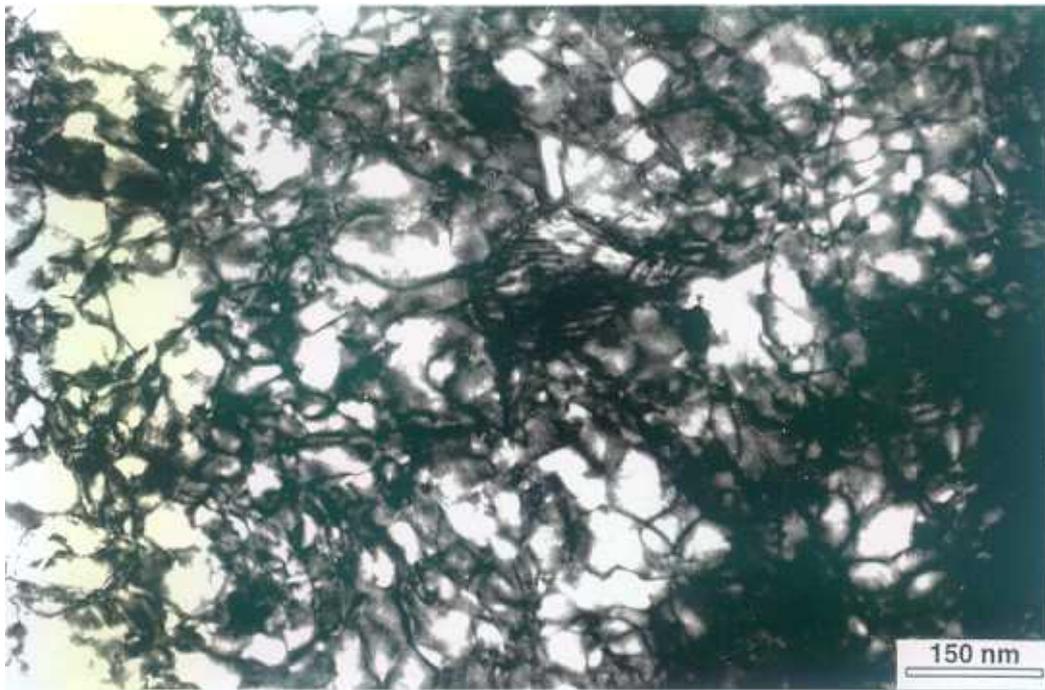


Figura 4.39: Material compuesto en condición T4 ensayado cíclicamente,  $B=\langle 011 \rangle$ . Imagen en campo claro donde pueden observarse estructuras desordenadas de dislocaciones lejos del refuerzo cerámico.

#### 4.2.4 Mecanismos de rotura

En este apartado se presenta el análisis de los mecanismos de rotura de la aleación y del material compuesto, realizado a través del estudio fractográfico de las probetas ensayadas y del análisis de las secciones transversales a la superficie de rotura.

### *Aleación sin reforzar*

Las probetas de la aleación en condición T4 se rompieron bruscamente durante el ensayo de deformación cíclica cuando la semiamplitud de deformación fue inferior al 0.5%. Las probetas ensayadas a una semiamplitud de deformación mayor experimentaron la rotura por la propagación de una grieta por fatiga hasta alcanzar un tamaño crítico.

El aspecto de la superficie de fractura de las probetas donde se propagó una grieta por fatiga es el que aparece en la figura 4.40, que corresponde a una probeta ensayada a una semiamplitud de deformación del 0.7%. En la fractografía (figura 4.40b) pueden verse dos zonas diferenciadas correspondientes a la grieta de fatiga, y a la rotura final de la probeta.

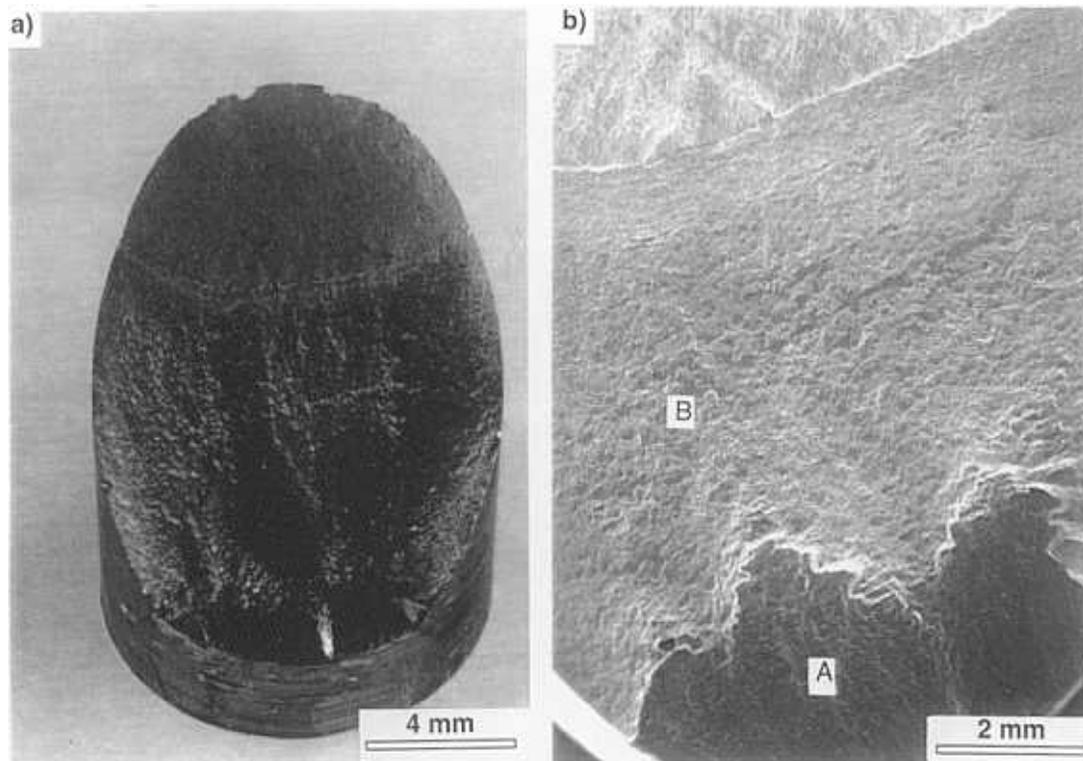
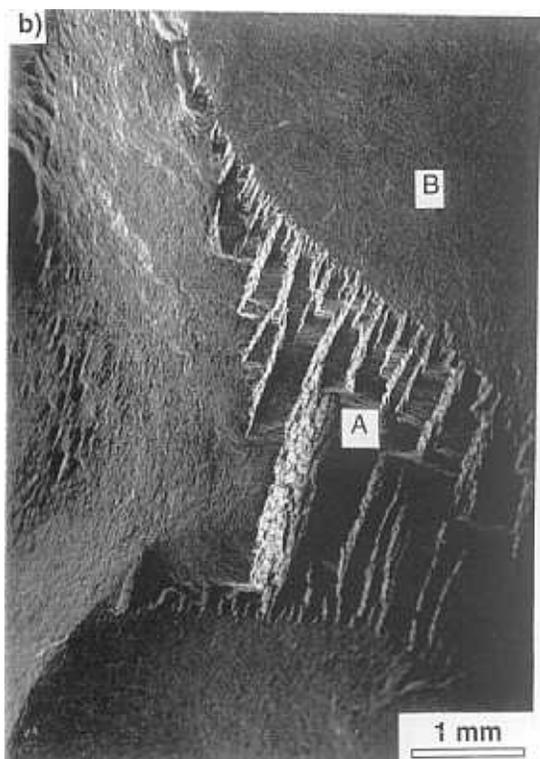
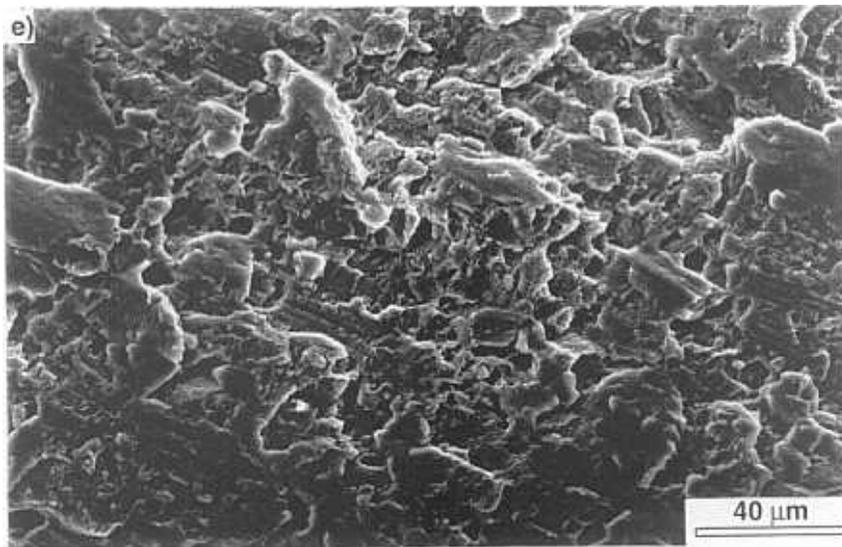
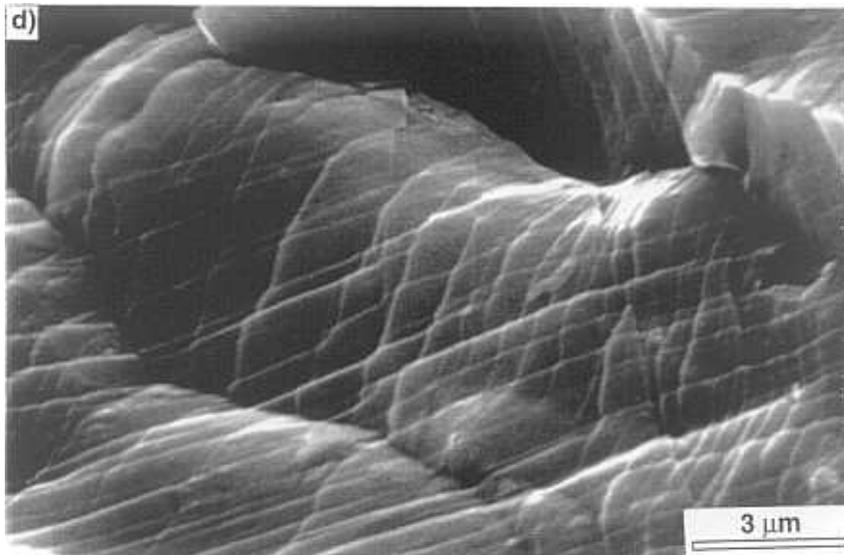
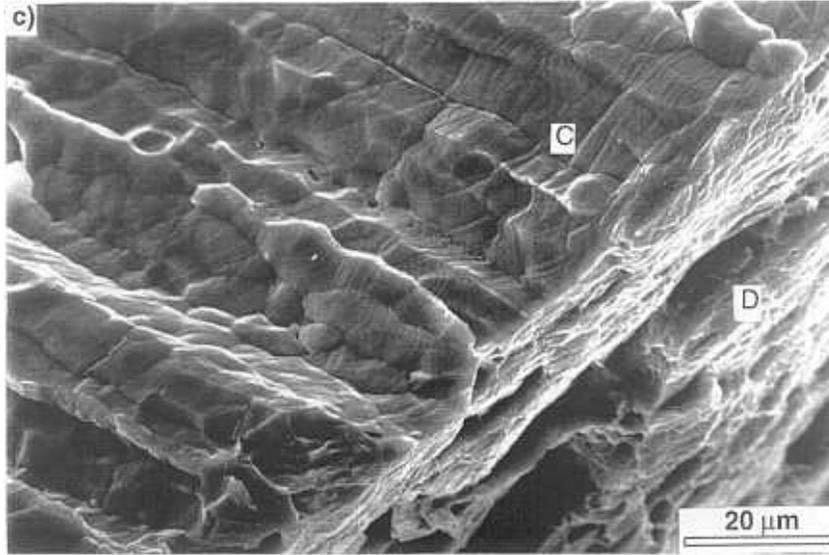


Figura 4.40: Aleación sin reforzar en condición T4 ensayada a una semiamplitud de deformación del 0.7%. a) Aspecto de la probeta ensayada. b) Fractografía mostrando las distintas zonas de la superficie de fractura: grieta de fatiga (A) y rotura final del material (B).

Las probetas que rompieron bruscamente presentaron un aspecto más abrupto, como el que aparece en la figura 4.41a que corresponde a una probeta ensayada a una semiamplitud de deformación de 0.2%. Durante la deformación cíclica de la aleación las dislocaciones formaron bandas de deslizamiento intensas en algunos granos (figura 4.36). La aparición de estas estructuras provocó la concentración de deformaciones plásticas en las fronteras de esos granos (figura 4.41d) que dieron lugar a la nucleación de grietas en dichas regiones (figura 4.41c). La delaminación de los granos orientados en la dirección de extrusión provocó la aparición de una región escalonada en la zona central de la probeta (figura 4.41b). Finalmente la fisura se propagó por cizalla dando lugar a una zona más suave que rodea a la región escalonada (figura 4.41b). La figura 4.41f muestra en detalle esta zona más suave mostrando la naturaleza dúctil del mecanismo de rotura, muy similar al observado en la parte superior de los escalones de la zona central (figura 4.41e).





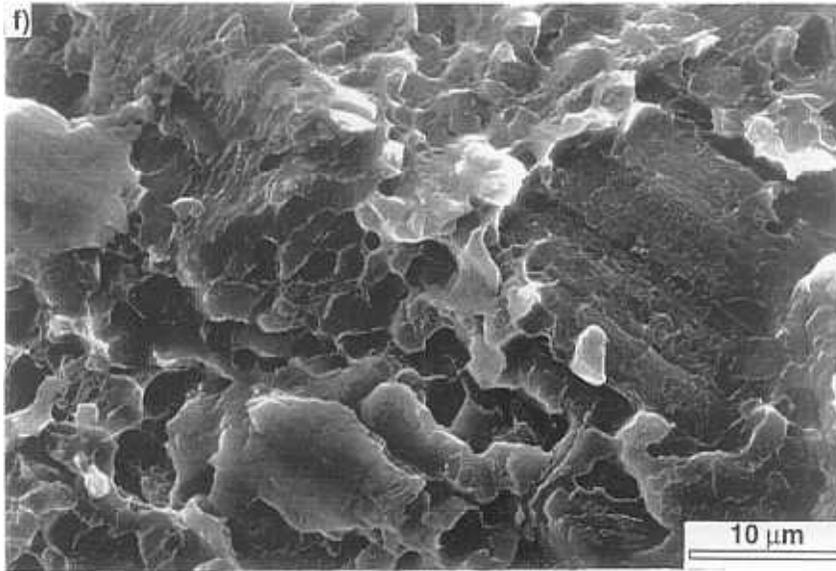


Figura 4.41: Aleación sin reforzar en condición T4 ensayada a una amplitud de deformación del 0.2%. a) Aspecto de la probeta ensayada. b) Fractografía mostrando las distintas zonas de la superficie de fractura. c) Escalones correspondientes a la zona A de la micrografía 4.41b. d) Bandas de deslizamiento observadas en la zona C de la micrografía 4.41c. e) Detalle de la zona D mostrada en la micrografía 4.41c. f) Detalle de la zona B mostrada en la micrografía 4.41b.

Las probetas de la aleación en condición T651 se rompieron bruscamente durante los ensayos de deformación cíclica sin que mediara en ningún caso la propagación de una grieta por fatiga. Las superficies de fractura presentaron en todos los casos un aspecto muy abrupto (figura 4.42a). El mecanismo de rotura fue similar al encontrado en el material ensayado a tracción. La grieta se inició en las fronteras de grano de la aleación, debido al apilamiento de dislocaciones en esa zona, propagándose de forma intergranular hasta producirse la rotura del material (figuras 4.42b y 4.43). En algunas zonas se observaron delaminaciones de los granos orientados en la dirección de extrusión, paralela al eje de carga, de modo similar al encontrado en las probetas ensayadas a tracción (figura 4.43b).

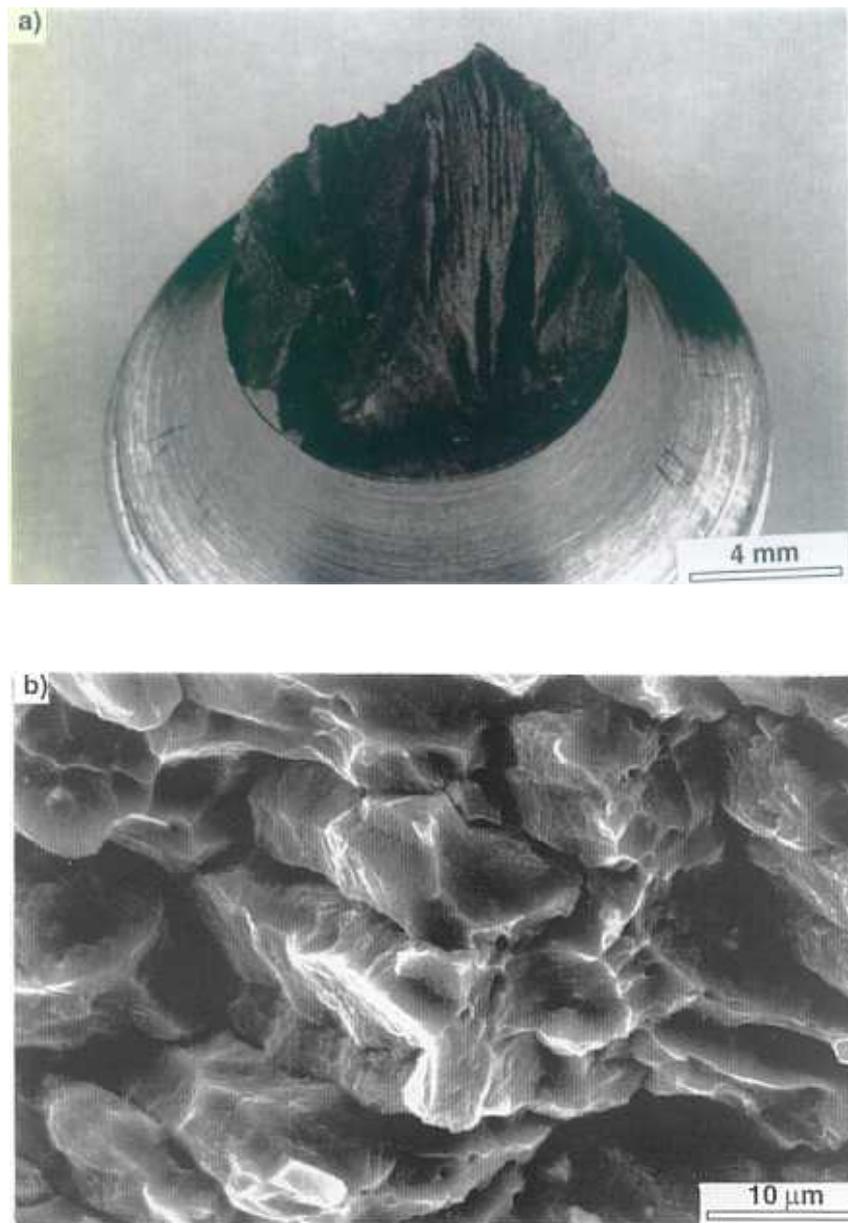


Figura 4.42: Aleación sin reforzar en condición T651 ensayada a una semiamplitud de deformación del 0.7%. a) Aspecto de la probeta ensayada. b) Micrografía mostrando el mecanismo de rotura intergranular.

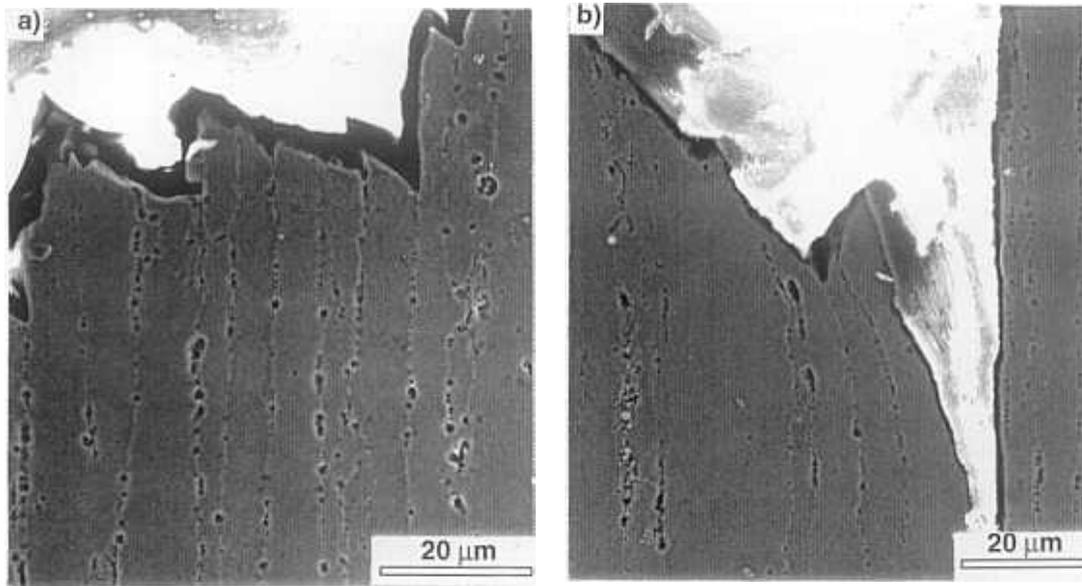


Figura 4.43: a) Perfil de la grieta en la aleación ensayada con una semiapertura de deformación del 0.7% en la condición T651. b) Delaminaciones de los granos orientados en la dirección de extrusión en la aleación ensayada con una semiapertura de deformación del 0.2% en la condición T651. Ambas micrografías fueron realizadas en contraste de electrones secundarios con la muestra ligeramente atacada.

### *Material compuesto*

Las probetas de material compuesto ensayadas en los tratamientos térmicos T651 y T4 presentaron un aspecto similar para todas las semiaperturas de deformación consideradas. En todos los casos el plano de fractura resultó perpendicular a la dirección de carga (figura 4.44).

La transferencia de carga de la matriz al refuerzo se produjo durante la deformación cíclica del compuesto provocando la rotura progresiva de las partículas de SiC, al igual que ocurrió en el MCMM ensayado a tracción. Este comportamiento viene avalado por los refuerzos fracturados en la dirección normal al eje de carga que se observaron en las secciones longitudinales de las probetas de material compuesto, incluso a varios milímetros de la superficie de fractura. El aspecto de las partículas fracturadas lejos de la superficie de rotura se muestra en la figura 4.45 y fue similar en ambos tratamientos térmicos. En ningún caso se

observaron partículas rotas en compresión por grietas paralelas al eje de carga (Poza et al 1995a).

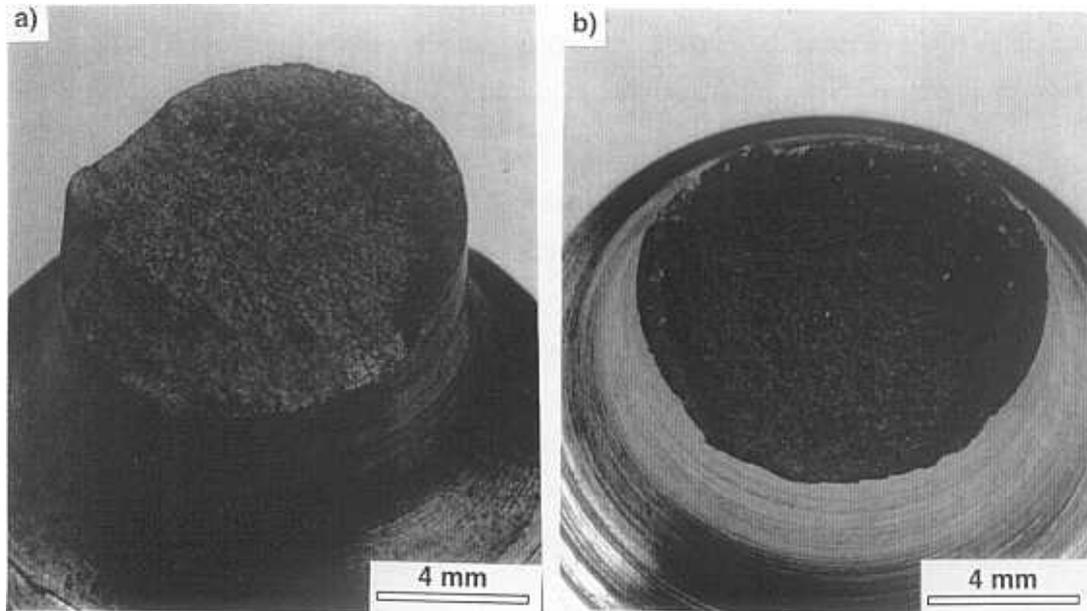


Figura 4.44: Probetas de material compuesto ensayadas bajo carga cíclica a una semiapertura de deformación del 0.7%. a) Condición T4. b) Condición T651.

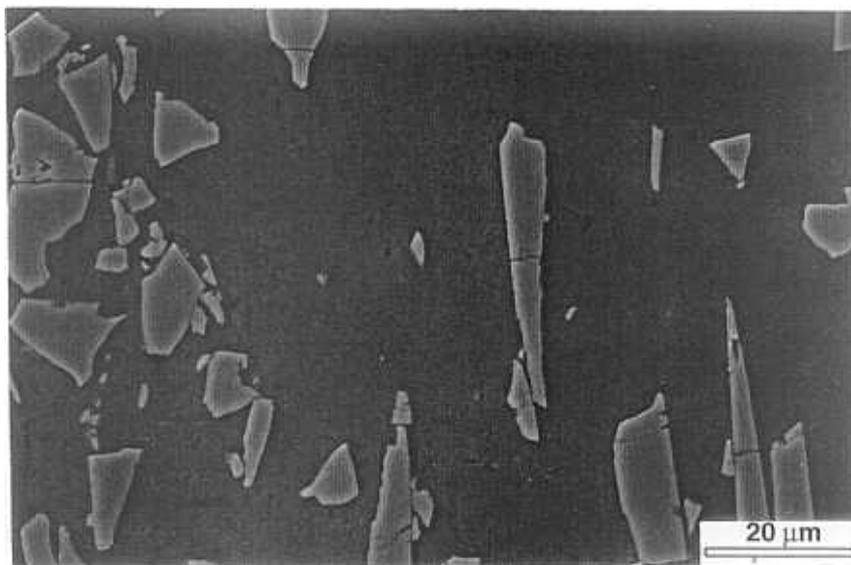


Figura 4.45: Partículas fracturadas en el material compuesto ensayado a una semiapertura de deformación del 0.2% en la condición T651. La imagen fue tomada en contraste de electrones secundarios lejos de la superficie de fractura.

La influencia del tamaño y la forma de las partículas cerámicas en el proceso de rotura del refuerzo no se ha estudiado cuantitativamente. Sin embargo, desde un punto de vista cualitativo, se observaron tendencias similares a las encontradas en los ensayos de tracción. Las partículas más grandes y de forma alargada se rompieron más frecuentemente que aquellas de menor tamaño y forma equiaxial.

Para estudiar cuantitativamente los mecanismos de rotura dominantes se realizaron medidas del porcentaje de partículas rotas en función de la distancia a la superficie de fractura. Se estudiaron las probetas ensayadas a las semiamplitudes de deformación del 0.2% y 0.7% en los dos tratamientos térmicos considerados, analizando más de 1300 partículas en cada muestra. Los resultados aparecen en la figura 4.46, donde se ha representado la fracción de refuerzos fracturados durante los ensayos de deformación cíclica en función de la distancia a la superficie de fractura.

La fracción de partículas rotas encontradas en la sección de rotura de las probetas deformadas cíclicamente fue siempre inferior a los resultados obtenidos en los ensayos de tracción. Además, la fracción de refuerzos fracturados disminuyó rápidamente con la distancia a la superficie de rotura y el daño se concentró de manera acusada en la proximidad de la sección de fractura (< 1 mm). La localización del daño en los ensayos de deformación cíclica fue superior a la observada en los ensayos de tracción, especialmente en los materiales en la condición T4.

Estos resultados pueden entenderse según un mecanismo de rotura similar al propuesto para explicar la rotura del MCMM en tracción con dos etapas diferenciadas. La carga se transfiere de la matriz al refuerzo de manera progresiva durante la deformación cíclica, al aumentar las deformaciones plásticas acumuladas en la matriz. De este modo se produjo la rotura de aquellas partículas cerámicas con defectos de mayor tamaño o donde las tensiones fueron más elevadas. La matriz es capaz de absorber la carga liberada por las partículas al romperse durante esta fase y se produce un proceso de fractura homogénea del refuerzo en todo el

material ensayado. Esta etapa se prolonga mientras la matriz sea capaz de absorber la carga liberada por las partículas al romperse.

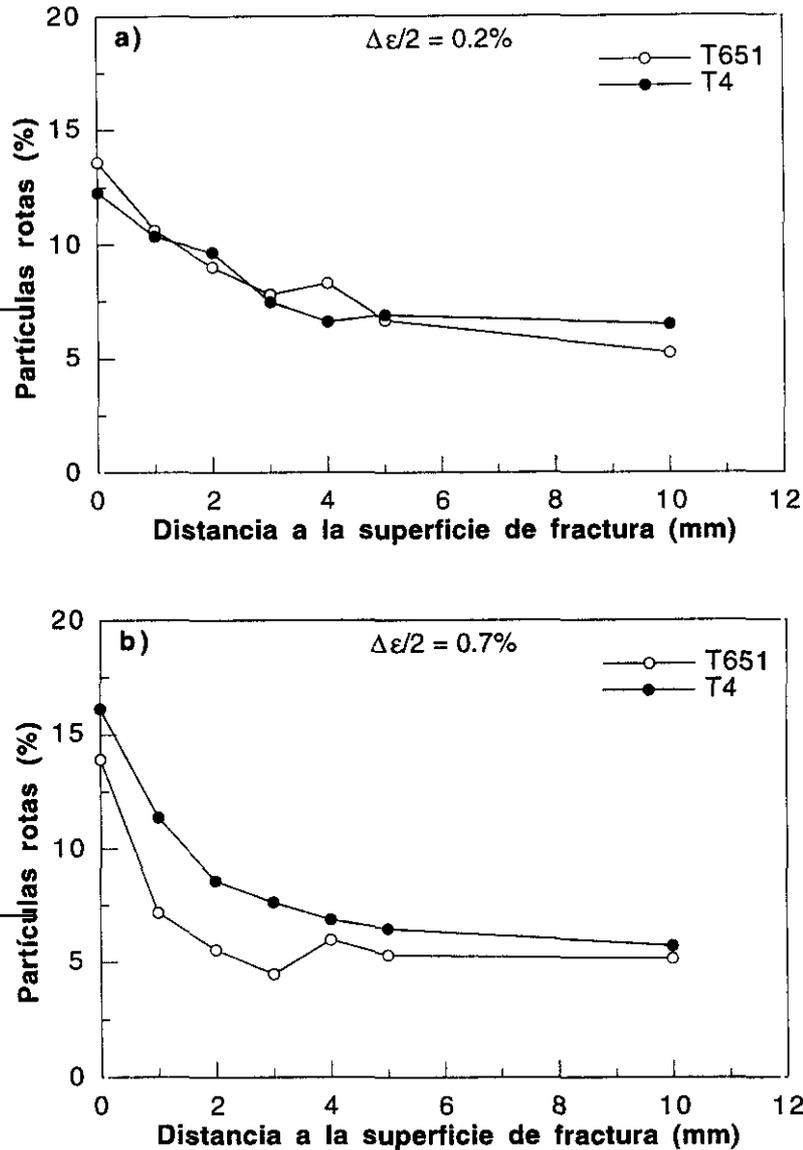


Figura 4.46: Distribución de los refuerzos fracturados durante los ensayos de deformación cíclica en función de la distancia a la superficie de fractura. a) Semiamplitud de deformación 0.2%. b) Semiamplitud de deformación 0.7%.

Las tensiones medias sobre las partículas cuando se ha alcanzado la saturación se han representado en la figura 4.47 en función de la semiamplitud de deformación. También se han representado los resultados correspondientes a los ensayos de tracción. El método de

cálculo utilizado para obtener estos resultados se describirá en el capítulo siguiente. Estos resultados muestran que para las dos semiamplitudes de deformación estudiadas (0.2% y 0.7%) y los dos tratamientos térmicos, las tensiones sobre las partículas fueron mucho menores durante el ensayo de deformación cíclica que durante el ensayo de tracción. En consecuencia, la fracción de partículas rotas lejos de la superficie de fractura, que se corresponde con aquellos refuerzos fracturados durante esta primera fase, fue menor en el material sometido a carga cíclica.

Cuando la matriz agota su capacidad de endurecimiento por deformación, la carga liberada por las partículas al romperse se transfiere inmediatamente a la partícula más próxima, produciéndose una reacción en cadena y localizando el daño en una sección de la probeta hasta que se alcanza la rotura.

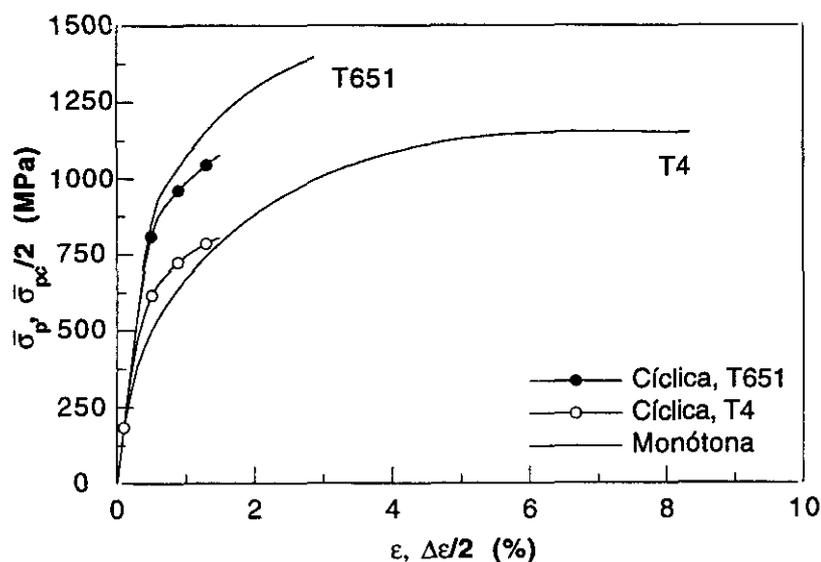


Figura 4.47: Máxima tensión de tracción sobre los refuerzos en deformación cíclica y monótona en función de la semiamplitud de deformación cíclica ( $\Delta\epsilon/2$ ) o de la deformación aplicada ( $\epsilon$ ) (estos resultados se obtuvieron a partir del modelo que se presentará en el capítulo siguiente).

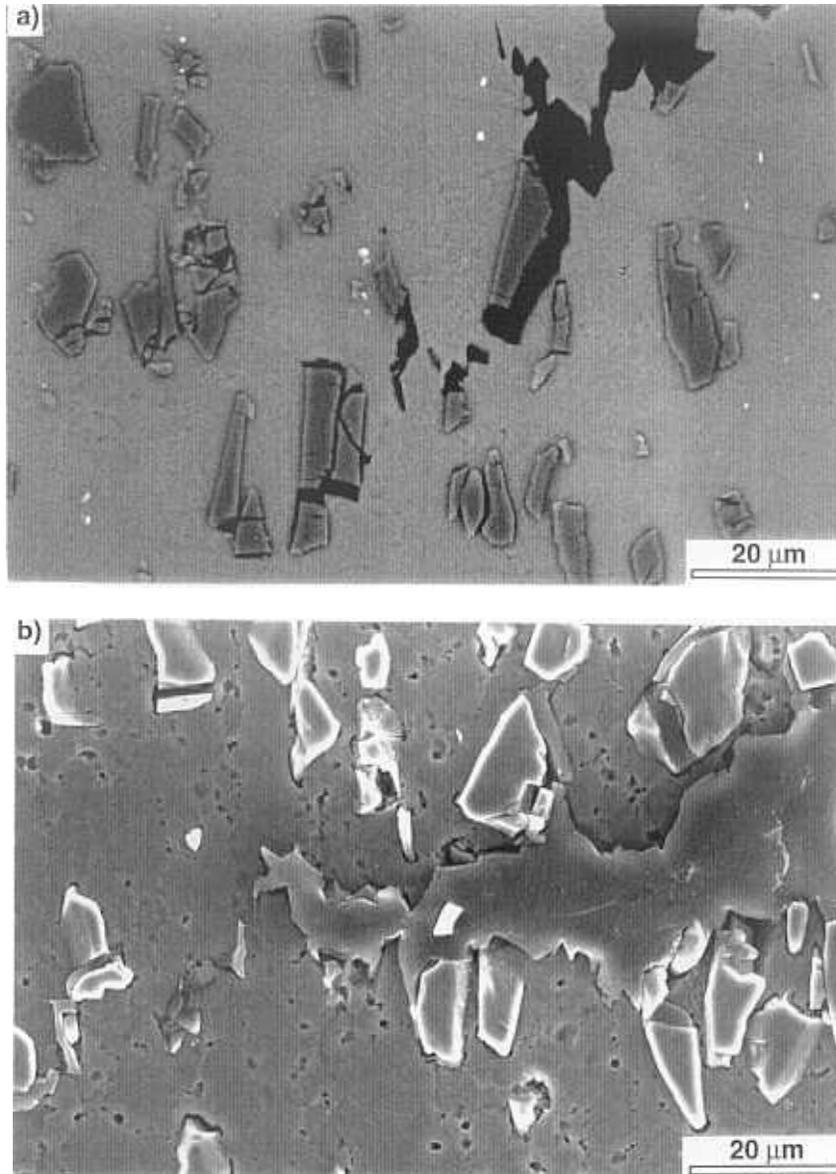


Figura 4.48: Partículas rotas y decohesionadas en el material compuesto en condición T651 cerca de la superficie de fractura. a) Micrografía en contraste de electrones retrodispersados de una probeta ensayada a una semiamplitud de deformación del 0.7%. b) Micrografía en contraste de electrones secundarios de una probeta ensayada a una semiamplitud de deformación del 0.2%. La muestra se encuentra ligeramente atacada y puede observarse como la grieta se propagó a través de las fronteras de grano de la matriz.

Algunos refuerzos se decohesionaron de la matriz durante la etapa final del proceso de rotura, y este mecanismo de daño tan solo se observó justo debajo de la superficie de fractura. A diferencia con los ensayos de tracción, las decohesiones aparecieron mayoritariamente en la condición T651 (figura 4.48a), mientras que la fracción de partículas decohesionadas

en la condición T4 (figura 4.49) fue muy reducida. El reducido número de partículas decohesionadas en la condición T4 puede explicarse teniendo en cuenta que las tensiones hidrostáticas (necesarias junto con la deformación plástica para producir la decohesión) permanecen constantes durante la deformación cíclica y son más reducidas en la condición T4 que en la condición T651 (LLorca 1994b). Los diferentes mecanismos de daño encontrados en la vecindad de la superficie de fractura se han recogido en la tabla 4.7.

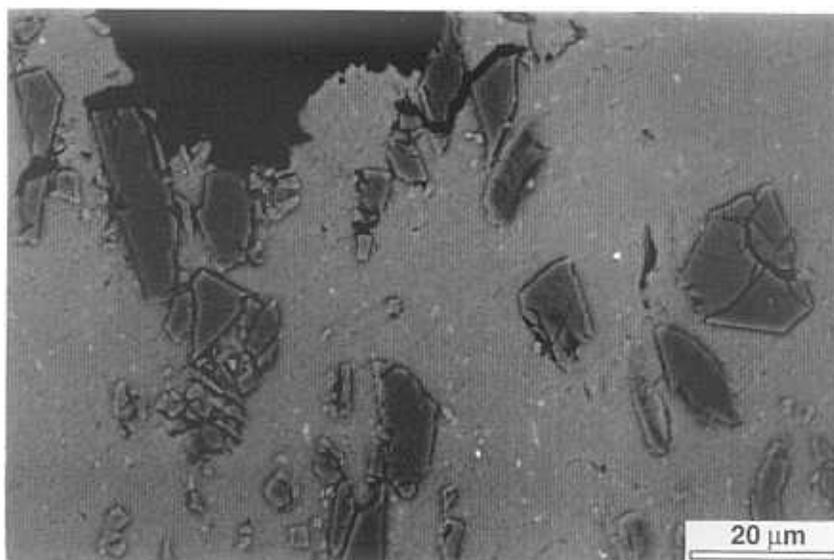


Figura 4.49: Material compuesto ensayado a una semiamplitud de deformación del 0.2% en la condición T4. La micrografía se realizó en contraste de electrones retrodispersados en la sección donde se produjo la rotura.

Tabla 4.7: Diferentes mecanismos de daño en la sección donde se produjo la rotura

Tratamiento	T651		T4	
	$\Delta\epsilon/2$	$\Delta\epsilon/2$	$\Delta\epsilon/2$	$\Delta\epsilon/2$
$\Delta\epsilon/2$	0.2 %	0.7 %	0.2 %	0.7 %
Partículas rotas (%)	13.6	13.9	12.3	16.1
Partículas aisladas decohesionadas (%)	7.9	9.3	1.8	2.7
Agrupaciones de partículas decohesionadas (%)	4.4	6.7	2.4	3.2
Total partículas dañadas (%)	25.9	29.9	16.6	22.0

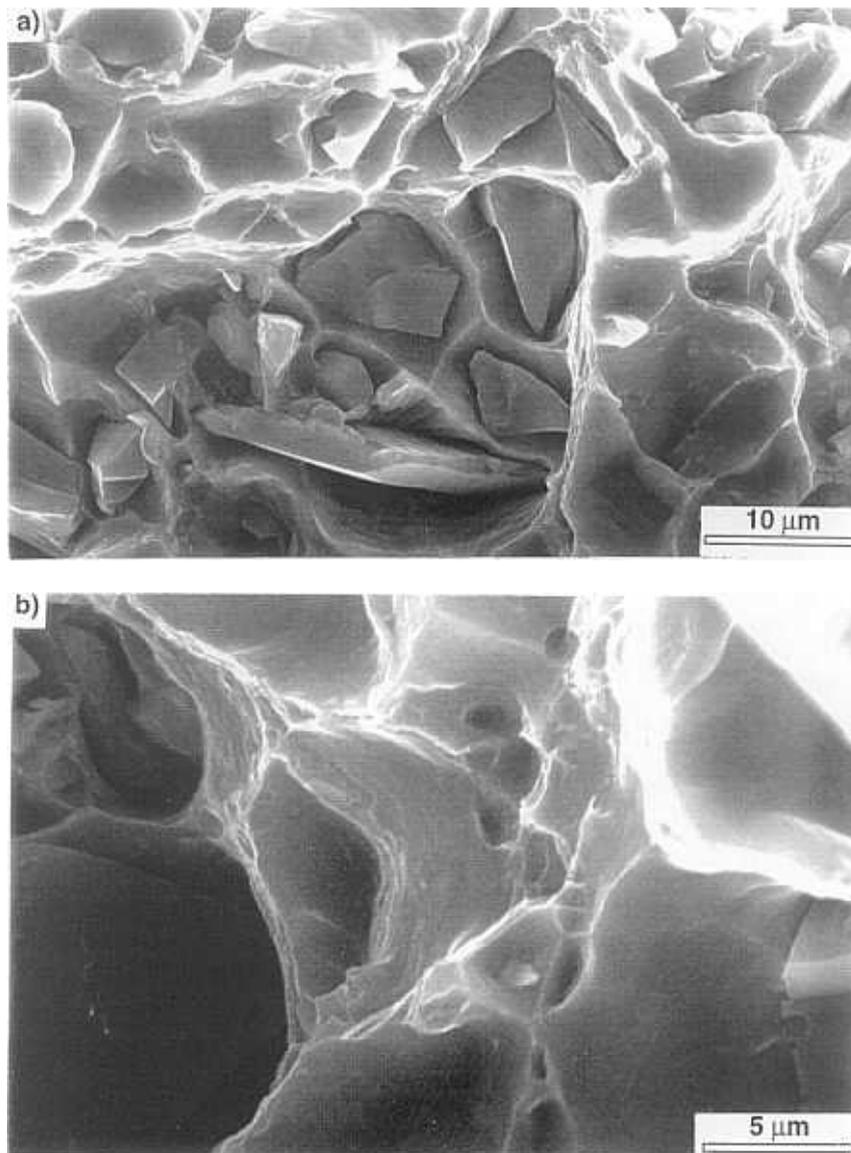


Figura 4.50: Superficie de fractura del material compuesto ensayado bajo carga cíclica a una semiamplitud de deformación del 0.7% en la condición T4. a) El mecanismo de rotura fue la nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos en torno a las partículas de refuerzo. b) La coalescencia de huecos en la condición T4 se produjo por estricción de la matriz.

El mecanismo que provocó la rotura final del MCMM se analizó a través del estudio fractográfico de las probetas ensayadas. El aspecto de las superficies de fractura fue muy similar al encontrado en los materiales ensayados a tracción, característico del proceso de rotura por nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos (Van Stone et al 1985). En ambos tratamientos térmicos las cavidades se nuclearon en torno a las partículas de SiC (figuras 4.50a y 4.51a). Los mecanismos de coalescencia de huecos

fueron diferentes en cada tratamiento térmico, reflejando los mecanismos de rotura de las aleaciones sin reforzar. En la condición T4 el proceso final de rotura se produjo por estricción de la matriz (figura 4.50b), mientras que en la condición T651 las cavidades coalescieron a través de las fronteras de grano (figuras 4.51b y 4.48b). Estos resultados son semejantes a los encontrados en las probetas ensayadas a tracción.

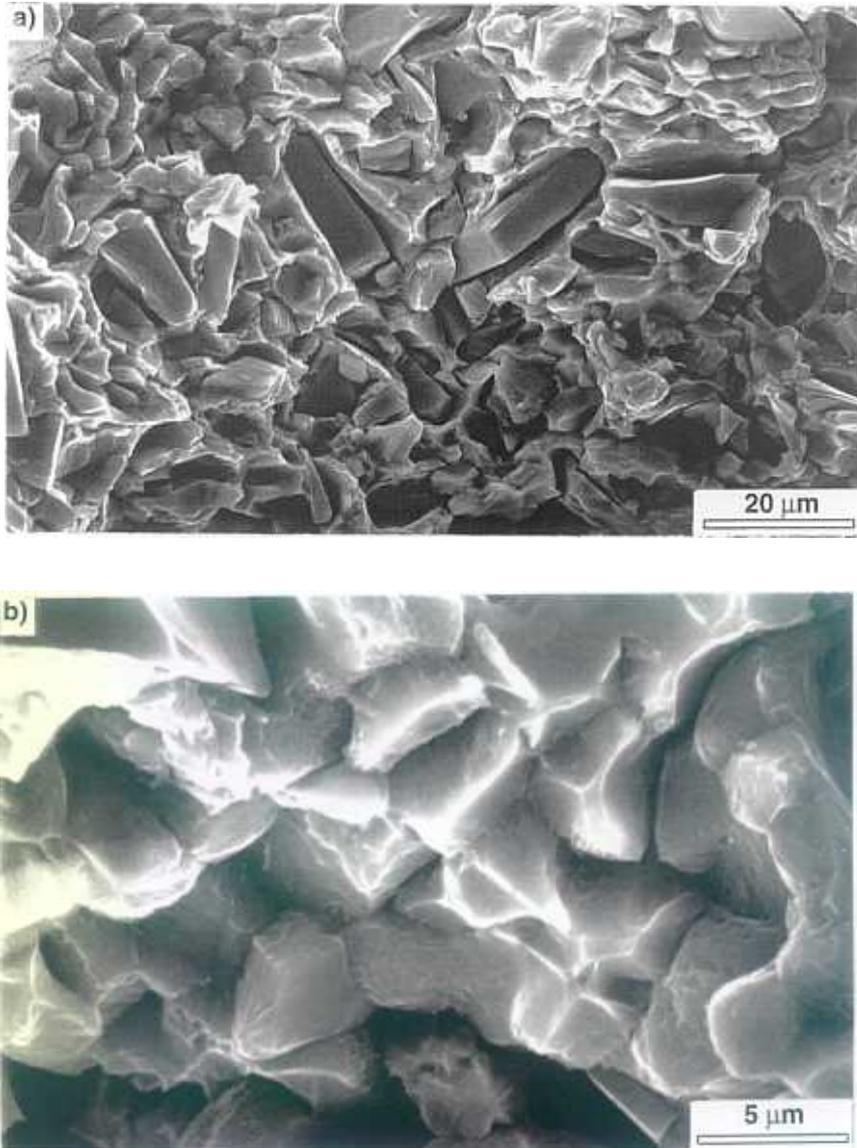


Figura 4.51: Superficie de fractura del material compuesto ensayado bajo carga cíclica a una semiapertura de deformación del 0.7% en la condición T651. a) El mecanismo de rotura fue la nucleación, crecimiento y coalescencia de huecos en torno a las partículas de refuerzo. b) La coalescencia de huecos en la condición T651 se produjo a través de las fronteras de grano de la matriz.

## Capítulo 5

# MODELIZACIÓN DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO

En este capítulo se presenta un modelo del comportamiento en tracción y en deformación cíclica de MCMM, y se aplica a los materiales estudiados en esta tesis doctoral.

### 5.1 JUSTIFICACIÓN DEL MODELO

El objetivo perseguido al desarrollar el modelo de comportamiento mecánico es predecir las curvas tensión-deformación monótona y cíclica de los MCMM, incluyendo la ductilidad. Los datos de partida son las propiedades mecánicas de la matriz y del refuerzo, así como el tamaño, la forma y la distribución espacial de las partículas cerámicas. En el desarrollo del modelo se han tenido en cuenta los mecanismos de daño observados experimentalmente.

Como se indicó en la introducción, el comportamiento mecánico de los MCMM se puede analizar a través de distintos métodos que se dividen en tres grupos: modelos basados en el método de la inclusión equivalente de Eshelby (Arsenault et al 1987 y Taya et al 1989), en la transferencia de carga por cizalla de la matriz a las partículas (Nardone et al 1986 y LLorca 1995) y aquellos que utilizan el análisis por elementos finitos de una celda unidad representativa del material compuesto (Christman et al 1989, Tveergard 1990 y Levy et al 1990). Este último método fue elegido para desarrollar el modelo presentado en esta tesis doctoral, por las razones que se exponen a continuación.

Los modelos basados en la transferencia de carga por cizalla no permiten estudiar la evolución de las tensiones y deformaciones en el refuerzo y la matriz durante la deformación del material y, por tanto, no resultan adecuados para predecir las curvas tensión-deformación monótona y cíclica de los compuestos.

Los métodos basados en la inclusión equivalente de Eshelby se fundamentan en la teoría de la elasticidad y estudian la deformación plástica de la matriz como un comportamiento elástico no lineal. Estas técnicas permiten estudiar la evolución de las tensiones globales que actúan en el compuesto durante la deformación pero presentan dificultades a la hora de introducir en el modelo los fenómenos de daño por la rotura del refuerzo. Además, las partículas cerámicas debe ser de forma elipsoidal mientras que los refuerzos de SiC presentan bordes afilados que modifican de manera importante las tensiones en las partículas (Justice et al 1996).

Los métodos basados en el análisis por elementos finitos de una celda unitaria representativa del compuesto permiten estudiar la evolución de las tensiones y deformaciones locales en la matriz y en el refuerzo durante la deformación. Además los refuerzos pueden representarse con geometrías más realistas y el cálculo de la tensión que soportan puede realizarse con mayor rigor que utilizando los métodos basados en la inclusión equivalente de Eshelby. Finalmente, esta técnica se puede extender fácilmente para incluir los mecanismos de daño en el comportamiento mecánico. En efecto, el estudio de los mecanismos de rotura del MCMM mostró que durante la deformación del compuesto se produjo la fractura progresiva de las partículas de refuerzo. Este efecto debe incorporarse en el modelo porque influye en la curva tensión-deformación del compuesto disminuyendo la resistencia mecánica y la capacidad de endurecimiento por deformación.

Durante el análisis de los mecanismos de rotura también se observó la presencia de partículas de refuerzo decohesionadas. Este mecanismo de daño tan solo apareció en la vecindad de la superficie de fractura y es razonable admitir que se produjo en la etapa final del proceso de rotura,

una vez alcanzada la condición de inestabilidad plástica. Por esta razón, este fenómeno no se incluyó en el desarrollo del modelo. Por otra parte, el análisis microestructural del MCMM estudiado indicó que las partículas cerámicas estaban distribuidas homogéneamente en la matriz. Las zonas con fracciones volumétricas de partículas muy superiores o inferiores a la media no eran frecuentes y, en consecuencia, el efecto de estas regiones tampoco se ha considerado en el modelo propuesto.

Para predecir la ductilidad se consideró que la rotura del MCMM se produjo cuando el material alcanzó la condición de inestabilidad plástica. En materiales donde no aparecen cambios de volumen asociados a la deformación y cuya respuesta mecánica es independiente de la velocidad de deformación, la condición de inestabilidad plástica está determinada por el criterio de Considère, que se cumple cuando la tensión,  $\bar{\sigma}$ , iguala a la velocidad de endurecimiento por deformación,  $d\bar{\sigma}/d\varepsilon$ , de acuerdo con

$$\bar{\sigma} = \frac{d\bar{\sigma}}{d\varepsilon} \quad (5.1)$$

La validez de este criterio para los materiales compuestos de matriz de aluminio reforzados con partículas cerámicas viene avalada por los resultados experimentales presentados en la figura 4.7 de esta tesis así como por resultados semejantes de otros autores (Kiser et al 1995 y 1996 y González et al 1996). En principio se podría argüir que el uso del criterio de Considère no tiene en cuenta el aumento de volumen inducido por los huecos que se forman al romperse las partículas y, por lo tanto, la deformación calculada de acuerdo con la ecuación (5.1) subestimaría la deformación para la que comienza la inestabilidad plástica. Sin embargo, la deformación volumétrica debida a la rotura de las partículas es pequeña para las fracciones volumétricas de partículas rotas que se alcanzan en estos materiales. La fracción de partículas rotas en MCMM reforzados con un 15% en volumen raramente supera el 40% y la influencia de la deformación volumétrica en la deformación plástica asociada a la condición de inestabilidad es inferior al 10% (LLorca et al 1996).

Otra posible crítica al criterio de Considère para predecir la ductilidad podría afirmar que la ecuación (5.1) predice el inicio de la localización del daño pero la rotura se puede producir para deformaciones muy superiores. Sin embargo, la evidencia experimental, presentada en la figura 4.7 de esta tesis así como en los resultados de diversos autores (Kiser et al 1995 y 1996 y González et al 1996), también ha demostrado que la fractura de estos materiales se produjo con muy poca estricción una vez que ha comenzado a producirse la localización del daño en una sección de la probeta. Finalmente, es conveniente señalar que la ductilidad cíclica del MCMM estudiado resultó muy próxima a la determinada por el criterio de Considère. Por tanto es también razonable aplicar esta condición a la curva tensión-deformación cíclica del compuesto.

## 5.2 DESCRIPCIÓN DEL MODELO

El material compuesto se modelizó como una red tridimensional de celdas hexagonales. En el centro de cada celda hexagonal se situó un refuerzo cerámico de forma cilíndrica y de longitud igual a su diámetro. Esta geometría se ha demostrado adecuada para representar partículas de forma irregular y bordes afilados como las que aparecen en los materiales estudiados (Christman et al 1989, Bao et al 1991a, Hutchinson et al 1993 y LLorca et al 1993 y 1995a). Con el fin de tener en cuenta la fractura de los refuerzos, se consideró que las partículas cerámicas en cada celda estaban intactas o fracturadas por una grieta perpendicular al eje de carga. La figura 5.1 representa gráficamente el modelo descrito.

Suponiendo que las celdas con partículas rotas e intactas se encuentran distribuidas homogéneamente, la tensión promedio en el material compuesto,  $\bar{\sigma}$ , puede expresarse como

$$\bar{\sigma} = \sigma^I(1 - \rho) + \sigma^D\rho \quad (5.2)$$

donde  $\rho$  es la fracción de celdas con la partícula fracturada, y  $\sigma^I$  y  $\sigma^D$  son las tensiones promedio que soportan las celdas intacta y dañada respectivamente. La hipótesis de isodeformación que subyace en la ecuación (5.2) es consecuencia de la compatibilidad de desplazamientos entre las celdas adyacentes exigida por el modelo geométrico.

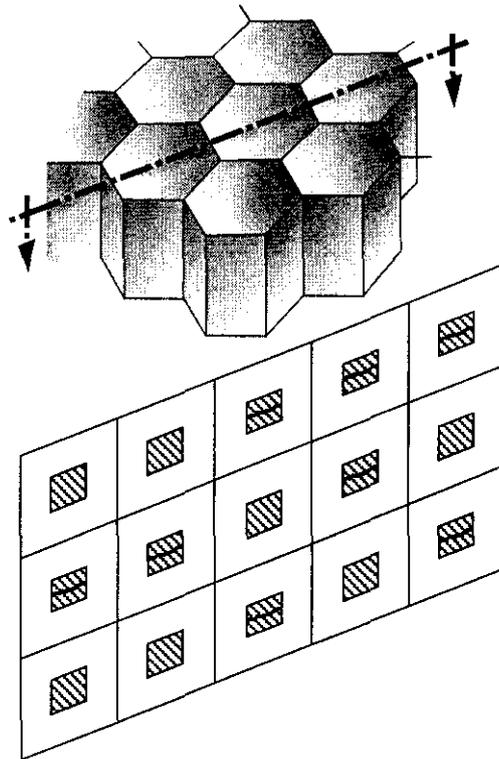


Figura 5.1: Representación del material compuesto modelizado por celdas hexagonales.

Para conocer la curva tensión-deformación del material compuesto es necesario determinar los valores de  $\sigma^I$ ,  $\sigma^D$  y  $\rho$  en función de la deformación. La magnitud de  $\sigma^I$  y  $\sigma^D$  se obtuvo por el método de los elementos finitos aproximando las celdas hexagonales por un cilindro (figura 5.2) en cuyo centro se encontraba el refuerzo intacto o fracturado por una grieta semicircular (Christman et al 1989, Tveergard 1990 y Hutchinson et al 1993). La fracción volumétrica de refuerzo dentro de cada celda fue del 15%. Por la simetría del problema sólo fue necesario discretizar un cuarto de las celdas. La figura 5.3 representa las discretizaciones en elementos finitos. Se utilizaron triángulos isoparamétricos de seis nodos y cuadriláteros isoparamétricos de ocho

nodos con integración reducida (2X2 puntos de Gauss) para modelizar respectivamente el refuerzo cerámico y la matriz. Como las deformaciones plásticas alcanzadas en algunas zonas de la matriz fueron muy elevadas, los cálculos por elementos finitos se realizaron dentro del marco de la teoría de grandes deformaciones tomándose como referencia el estado inicial sin tensiones. Se utilizó el programa de elementos finitos ABAQUS.

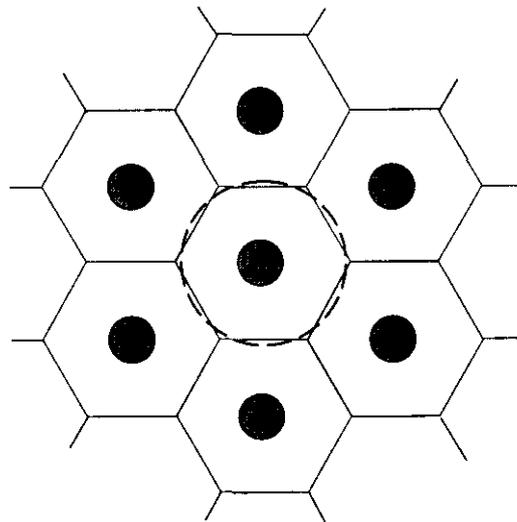


Figura 5.2: Aproximación de la celda hexagonal por un cilindro.

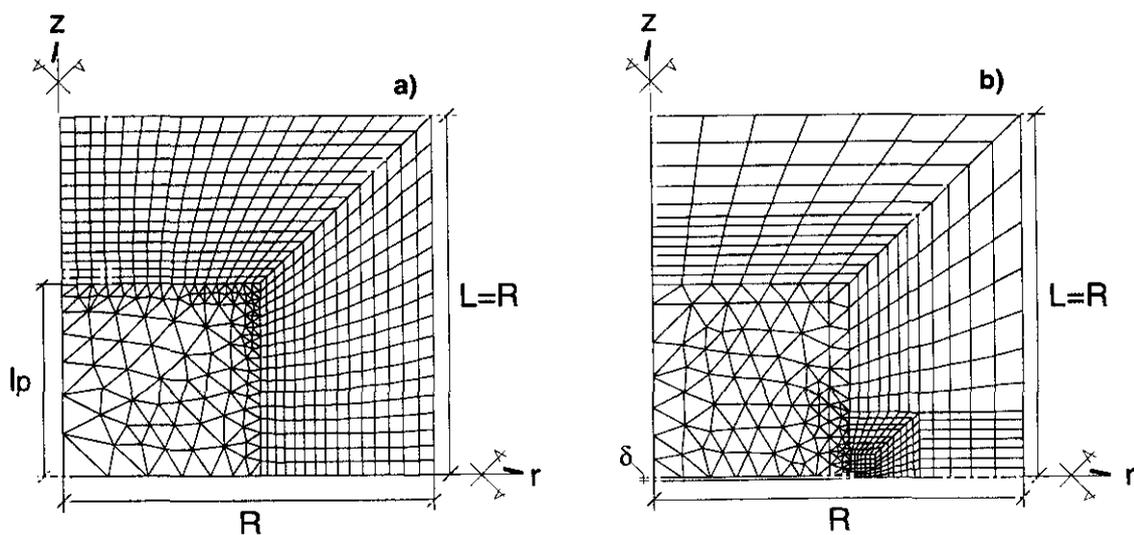


Figura 5.3: Discretización en elementos finitos de un cuarto de la celda unidad. a) Partícula intacta. b) Partícula fracturada.

Las condiciones de contorno vinieron impuestas por la simetría axial del problema y la distribución espacial de las celdas que exige que los cilindros mantengan su forma durante la deformación, de manera que los bordes rectos de cada celda deben permanecer rectos durante el análisis. Las condiciones de contorno en la celda con la partícula intacta fueron

$$u_z=0 \text{ en } z=0 \quad \text{y} \quad u_z=U \text{ en } z=L \quad (5.3a)$$

$$u_r=0 \text{ en } r=0 \quad \text{y} \quad u_r=U^* \text{ en } r=R \quad (5.3b)$$

$$T_r=0 \text{ en } z=0 \text{ y } z=L, r \neq R \quad (5.3c)$$

$$T_z=0 \text{ en } r=0 \text{ y } r=R, z \neq L \quad (5.3d)$$

donde  $U$  es el desplazamiento impuesto,  $u_r$  y  $u_z$  son los desplazamientos en las direcciones  $r$  y  $z$  respectivamente,  $T_r$  y  $T_z$  son las tensiones aplicadas en las mismas direcciones, y  $U^*$  se determina por la condición

$$\int_0^L T_r \, dz = 0 \text{ en } r=R \quad (5.4)$$

Las condiciones de contorno en la celda con la partícula dañada fueron similares salvo que en este caso el refuerzo se encontraba fracturado en el plano central (figura 5.3). Por tanto debe cumplirse

$$T_z=0 \text{ en } z=0, r \leq r_p \quad (5.5)$$

En particular, la modelización de la grieta circular en la partícula rota se realizó suponiendo que la grieta tenía una apertura inicial  $\delta=0.003L$ , siendo  $L$  la longitud de la celda unidad. La elección de  $\delta$  se realizó para facilitar los cálculos numéricos. La concentración de deformaciones en el extremo de la grieta provoca una enorme distorsión de los elementos situados a su alrededor durante la simulación, originando problemas de convergencia que pueden superarse

introduciendo un pequeño escalón entre el extremo de la partícula y el final de la matriz. El valor inicial de  $\delta$  no afecta a los resultados si es suficientemente pequeño (Brockenbrough et al 1995).

La evolución de la tensión y la deformación en cada celda en la dirección  $z$  (figura 5.4) puede obtenerse a partir de los cálculos por elementos finitos de acuerdo con

$$\varepsilon = \ln\left(1 + \frac{U}{L}\right) \quad \text{y} \quad \sigma = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} T_z \, d\Omega \quad (5.6)$$

donde  $\Omega$  es el área de la sección perpendicular a la dirección  $z$ .

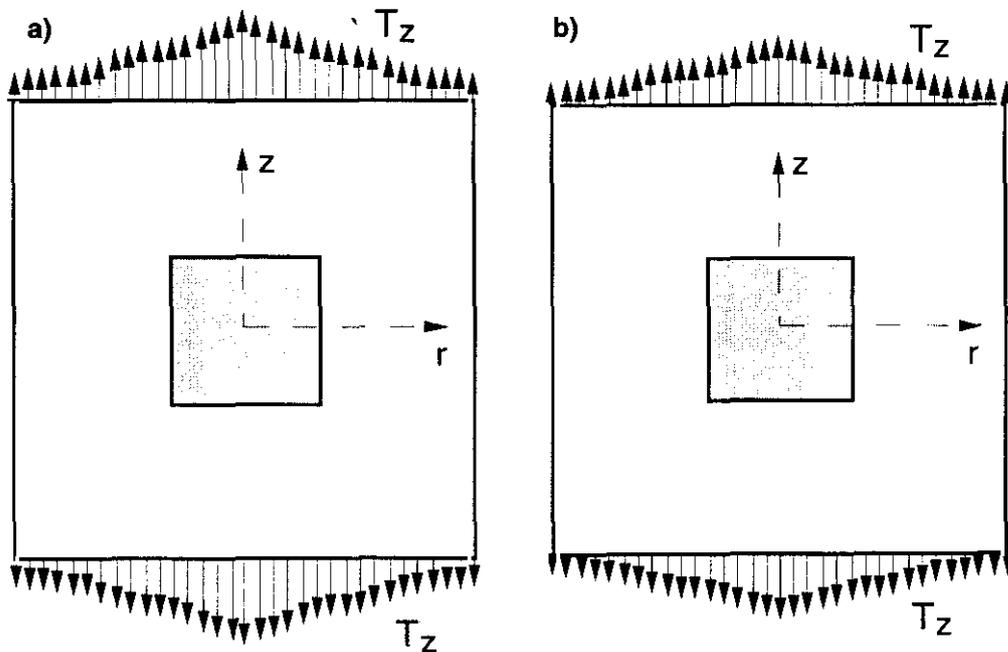


Figura 5.4: Cálculo de la tensión en las celdas intacta (a) y dañada (b).

La rotura del refuerzo se tuvo en cuenta considerando la naturaleza frágil de las partículas cerámicas. La resistencia a la rotura de los materiales frágiles está controlada por el defecto de mayor tamaño presente en el material. Como los defectos aparecen distribuidos

aleatoriamente, la resistencia a la rotura de estos materiales se suele representar por una función estadística en lugar de por un valor constante. Del mismo modo, la tensión de rotura disminuye al aumentar el tamaño del material debido a que aumenta la probabilidad de encontrar defectos más grandes. Como consecuencia la rotura de los materiales frágiles se estudia considerando la probabilidad de fractura de una probeta en función de la tensión que soporta y de su tamaño de acuerdo con los postulados de la estadística de Weibull (Ashby et al 1994 y Anderson 1991).

La estadística de Weibull se ha aplicado también con éxito a la rotura de fases frágiles embebidas en matrices dúctiles como CuO en Cu, cementita en aceros al carbono y Si en aleaciones de Al-Si (Wallin et al 1987), así como a la fractura de partículas cerámicas en MCM (Brechet et al 1991, LLorca et al 1993 y Lewis et al 1995). Esta hipótesis está avalada por los resultados experimentales de diversos autores, que muestran como la probabilidad de encontrar un refuerzo fracturado aumenta con su tamaño (Lloyd 1991 y LLorca et al 1993), y por los resultados mostrados en esta tesis doctoral (figura 4.20).

Suponiendo que la resistencia de las partículas cerámicas siguió la estadística de Weibull la probabilidad de fractura,  $F$ , para un refuerzo de volumen  $V$  sobre el que actúa una tensión media,  $\bar{\sigma}_p$ , viene expresada por

$$F = 1 - \exp\left\{-\frac{V}{V_0} \left[\frac{\bar{\sigma}_p}{\sigma_0}\right]^m\right\} \quad (5.7)$$

donde  $m$  es el módulo de Weibull y  $V_0$  y  $\sigma_0$  son dos constantes con dimensiones de volumen y tensión respectivamente. La tensión  $\sigma_0$  se relaciona con la resistencia de la partícula frágil, y está ligada con  $V_0$  de tal modo que representa la tensión que debe soportar un refuerzo de tamaño  $V_0$  para que la probabilidad de fractura sea del 63%. El módulo de Weibull  $m$  es una medida del grado de uniformidad en la población de defectos que generan la rotura. Un valor de  $m$  elevado indica que los defectos son

muy semejantes en tamaño y forma y la tensión de rotura se distribuye en una banda estrecha centrada en torno a  $\sigma_0$ . Por el contrario, un valor de  $m$  reducido representa una población de defectos muy diferentes que provocan la rotura con tensiones muy inferiores o superiores a  $\sigma_0$  (Ashby et al 1994 y Anderson 1991).

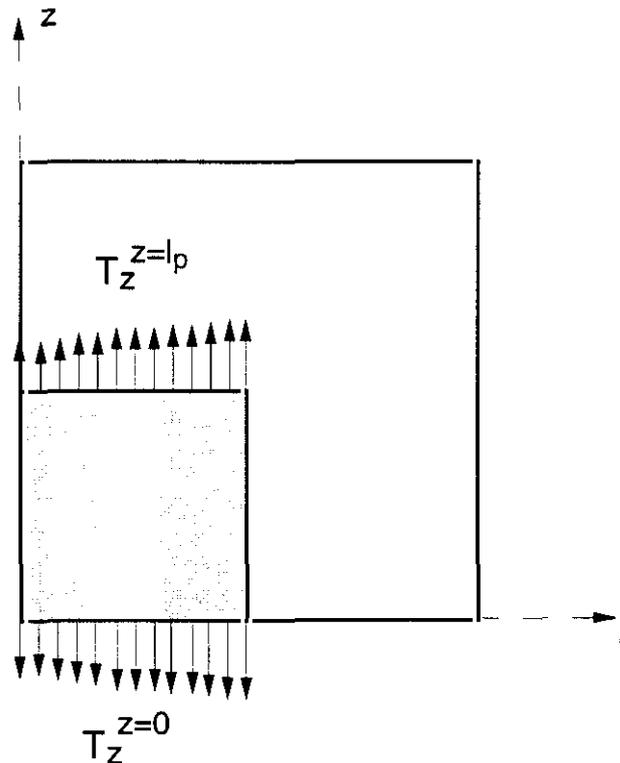


Figura 5.5: Cálculo de las tensiones que actúan en el refuerzo

En el análisis de la fracción de partículas fracturadas es necesario tener en cuenta que la tensión que actúa sobre los refuerzos no es constante, siendo máxima en la sección central de la partícula ( $z=0$ ) y mínima en la intercara matriz-refuerzo ( $z=l_p$ ). El valor de  $\bar{\sigma}_p$  puede aproximarse como

$$\bar{\sigma}_p = \frac{\bar{\sigma}_p^{z=0} + \bar{\sigma}_p^{z=l_p}}{2} \quad (5.8)$$

donde  $\bar{\sigma}_p^{z=0}$  y  $\bar{\sigma}_p^{z=l_p}$  son respectivamente las tensiones en la sección central ( $z=0$ ) y en la intercara matriz-refuerzo ( $z=l_p$ ) de las partículas cerámicas (figura 5.5). El cálculo de estas tensiones en función de la deformación aplicada se realizó a través del análisis por elementos finitos de la celda intacta según

$$\bar{\sigma}_p^z = \frac{1}{\Omega_p} \int_{\Omega_p} T_z \, d\Omega_p \quad (5.9)$$

donde  $\Omega_p$  es el área de la sección correspondiente de la partícula normal a la dirección  $z$ .

Así mismo, la distribución volumétrica de los refuerzos también influye en la acumulación del daño durante la deformación. Esta distribución puede representarse por la función densidad de probabilidad  $p(V)$ , de tal modo que la probabilidad de encontrar un refuerzo con tamaño comprendido entre  $V$  y  $V+dV$  viene expresada por  $p(V)dV$ . La distribución de partículas de SiC se estudió experimentalmente en el material compuesto considerando el volumen de cada partícula cerámica como el cubo de su longitud característica,  $D$ . La función de densidad de probabilidad  $p(V)$  se ajustó a partir de los resultados experimentales y tuvo la forma

$$p(V) = \frac{(2.4)^2 V}{\bar{V}^2} \exp\left\{-\frac{2.4V}{\bar{V}}\right\} \quad (5.10)$$

donde  $\bar{V}$  es el volumen medio de las partículas de refuerzo. La bondad del ajuste en comparación con los resultados experimentales se ha representado en la figura 5.6 donde se puede encontrar la probabilidad acumulada,  $P_{ac}$ , o probabilidad de encontrar una partícula con volumen inferior a  $V$ , obtenida por integración de la función densidad de probabilidad como

$$P_{ac} = \int_0^V p(V) \, dV \quad (5.11)$$

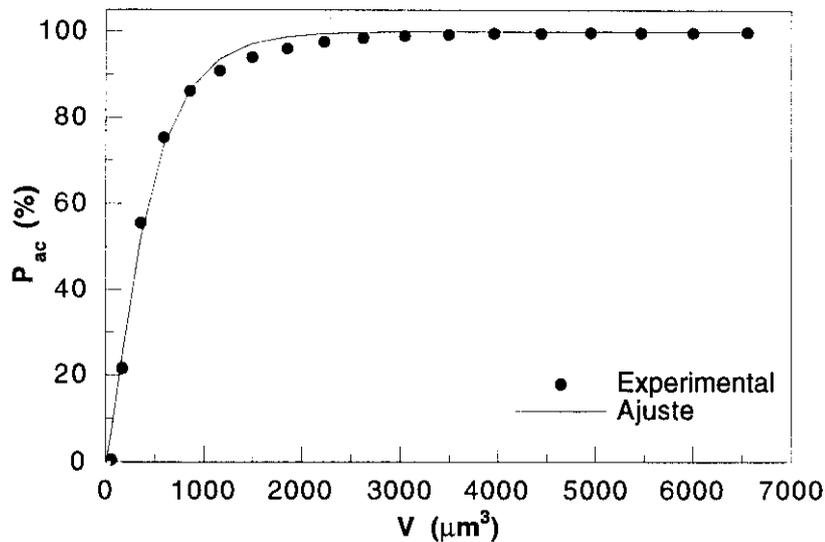


Figura 5.6: Ajuste de la probabilidad de encontrar una partícula con volumen inferior a V,  $P_{ac}$ , a partir de los resultados experimentales.

Las fracciones de refuerzos fracturados ( $\rho$ ) e intactos ( $1-\rho$ ) pueden calcularse a partir de las ecuaciones (5.7) y (5.10) como

$$\rho = \int_0^V p(V)F dV = 1 - \frac{1}{\left[1 + \frac{\bar{V}}{2.4V_0} \left[\frac{\bar{\sigma}_p}{\sigma_0}\right]^m\right]^2} \quad (5.12)$$

Incluyendo la ecuación (5.12) en (5.2) puede predecirse la respuesta mecánica del MCMM teniendo en cuenta la fractura del refuerzo y la distribución volumétrica de las partículas cerámicas. La ductilidad del MCMM se obtuvo a partir de la condición de inestabilidad plástica, determinada según el criterio de Considère, tal como se expuso al justificar el modelo.

### 5.3 RESULTADOS

En este apartado se presentan las predicciones del modelo sobre el comportamiento mecánico del MCMM estudiado en esta tesis doctoral, y

se comparan con los resultados obtenidos experimentalmente. El modelo descrito permite predecir las curvas tensión-deformación monótona y cíclica, la ductilidad bajo carga monótona y cíclica del material compuesto, y la fracción de refuerzo fracturado durante la deformación.

### 5.3.1 Comportamiento bajo carga monótona

La curva tensión-deformación monótona del MCMM se estudió imponiendo un desplazamiento creciente en las celdas intacta y dañada. Para aplicar el modelo propuesto es necesario conocer las propiedades mecánicas de la matriz y del refuerzo.

#### *Propiedades de la matriz*

La matriz se consideró como un sólido elastoplástico con endurecimiento isótropo, cuyo comportamiento puede conocerse a partir de la teoría incremental de la plasticidad y del criterio de plastificación de Von Mises. El módulo de Young de la matriz se tomó igual a 80 GPa, de acuerdo con los resultados experimentales sobre las aleaciones de Al-Li, y el coeficiente de Poisson igual a 0.33. La curva tensión-deformación plástica se determinó a partir de los ensayos de tracción realizados sobre la aleación sin reforzar en las mismas condiciones que el material compuesto. Esta elección supone asumir que el comportamiento mecánico de la aleación no se modificó substancialmente por la presencia del refuerzo cerámico y necesita ser justificada con cierto detalle. Como se indicó en la introducción, la matriz endureció por efecto de los precipitados, las dislocaciones y las fronteras de grano.

El estudio microestructural de la aleación sin reforzar y el MCMM en la condición T651 mostró que las fases mayoritarias en ambos materiales fueron los precipitados  $\delta'$  y  $S'$ . Su tamaño, forma y distribución fueron similares en ambos materiales y, por tanto, no se

esperan diferencias en este punto. Con respecto a los materiales en la condición T4, la principal diferencia encontrada fue la presencia de la fase  $\delta'$  con un tamaño medio de 5 nm en la aleación. Esta fase no se desarrolló en el compuesto, donde el Li permaneció en una solución sólida sobresaturada en la matriz o en forma de zonas de orden a corto alcance. Ambos tipos de estructura (los precipitados  $\delta'$  y las zonas de orden a corto alcance) son cizallables por las dislocaciones y su efecto sobre la resistencia mecánica aumenta con su tamaño. Dado el pequeño tamaño de los precipitados  $\delta'$ , es de suponer que su influencia en la resistencia mecánica del material será muy similar a la que ejercen las zonas de orden a corto alcance que deben estar presentes en la matriz del MCMM.

Otro cambio microestructural provocado por la presencia del refuerzo cerámico fue la reducción del tamaño de grano de la matriz en relación con la aleación sin reforzar. Esta modificación de la microestructura puede endurecer la matriz del compuesto según la relación de Hall-Petch. La mayor diferencia en el tamaño de grano se produjo en la dirección transversal larga, donde los granos se redujeron desde 21  $\mu\text{m}$  en la aleación a 6  $\mu\text{m}$  en la matriz del MCMM. Teniendo en cuenta la constante de la ecuación de Hall-Petch para aleaciones de aluminio, el endurecimiento de la matriz del material compuesto con respecto a la aleación sin reforzar estaría siempre por debajo de 19 MPa, magnitud despreciable en materiales cuyo límite elástico se encuentra entre 260 y 530 MPa.

Finalmente, la densidad de dislocaciones en la matriz del compuesto fue mayor que en la aleación sin reforzar. Esta diferencia puede dar lugar a un endurecimiento de la matriz de los MCMM cuando los principales obstáculos al movimiento de dislocaciones son las propias dislocaciones, como ocurre en la condición T4, donde los precipitados coherentes  $\delta'$  no impiden el movimiento de dislocaciones. Como se indicó en la introducción, la contribución de las dislocaciones al endurecimiento de la matriz puede evaluarse según

$$\Delta\sigma_y = \alpha Gb\sqrt{\Delta\rho} \quad (5.13)$$

Para los valores de  $G$  y  $b$  característicos de las aleaciones de Al-Li y considerando un valor máximo del incremento en la densidad de dislocaciones  $\Delta\rho=10^{14} \text{ m}^{-2}$  (Vogelsang et al 1986, Christman et al 1988, Kim et al 1990, Suresh et al 1993 y Shi et al 1994), se obtuvo un límite de unos 42 MPa para este mecanismo en la condición T4. Para los materiales en la condición T651, el aumento en la densidad de dislocaciones jugó un papel mucho menos importante en el endurecimiento puesto que los principales obstáculos al movimiento de dislocaciones fueron los precipitados S'. De hecho, los mecanismos de deformación del compuesto en la condición T651 fueron similares a los encontrados en la aleación sin reforzar.

Según lo expuesto en los párrafos anteriores aproximar el comportamiento de la matriz del MCMM por el de la aleación sin reforzar no conduce a errores importantes en la condición T651. En la condición T4 el comportamiento de la matriz del compuesto puede modificarse con respecto al de la aleación sin reforzar debido principalmente al incremento en la densidad de dislocaciones. Sin embargo, no es fácil tener en cuenta este efecto de forma rigurosa al modelizar el comportamiento del MCMM.

### *Propiedades del refuerzo*

El comportamiento de las partículas cerámicas se consideró elástico e isótropo, con un módulo de Young de 450 GPa y un coeficiente de Poisson de 0.17, valores característicos de las partículas de SiC (Clyne et al 1993, Llorca et al 1991 y Llorca et al 1993). De acuerdo con el modelo de Weibull, la resistencia mecánica de los refuerzos vino caracterizada por los parámetros  $m$ ,  $V_0$  y  $\sigma_0$ . Estos parámetros no pueden medirse directamente y deben estimarse a partir de las medidas experimentales de la influencia del tamaño y la forma de las partículas cerámicas en su probabilidad de fractura. Para realizar este ajuste es necesario conocer la tensión que actúa sobre los refuerzos y este valor debe obtenerse a partir de los modelos micromecánicos descritos al comienzo de este capítulo. Relacionando la probabilidad de fractura, obtenida teóricamente, con la

fracción de partículas rotas en función de su tamaño y su factor de forma, obtenidas experimentalmente, pueden estimarse los parámetros característicos de la estadística de Weibull (Brechet et al 1991, LLorca et al 1993 y Lewis et al 1995)<sup>9</sup>. Evidentemente la estimación de los parámetros  $m$ ,  $V_0$  y  $\sigma_0$  se ve afectada por la dispersión encontrada al estudiar las características geométricas de las partículas cerámicas y por la validez de las hipótesis realizadas al estimar la tensión que soportan los refuerzos. A pesar de estas limitaciones, se ha encontrado un buen acuerdo con los resultados experimentales para valores del módulo de Weibull comprendidos entre 1 y 6 (Brechet et al 1991, LLorca et al 1993 y Lewis et al 1995).

La estructura de la ecuación (5.7) muestra que aunque existan tres parámetros en el modelo, solo dos de ellos son independientes y, por lo tanto, uno de los tres puede tomarse arbitrariamente sin perder generalidad. En nuestro caso se impuso  $V_0 = \bar{V}$  y los correspondientes valores de  $\sigma_0$  y  $m$  se ajustaron a partir de los resultados experimentales. Se partió del valor de  $\bar{\sigma}_p$  obtenido a través de los cálculos por elementos finitos para la deformación de rotura del MCMM en condición T4. Los valores de  $m$  y  $\sigma_0$  se estimaron de tal modo que la fracción de partículas rotas proporcionada por la ecuación (5.12) coincidiera con la fracción de refuerzos fracturados medida experimentalmente en la sección de rotura en tracción en la condición T4. La tabla 5.1 presenta los valores de  $\sigma_0$ , obtenidos de este modo, para diferentes valores del módulo de Weibull comprendidos entre 1 y 6. Los parámetros  $m$  y  $\sigma_0$  estimados por otros autores en materiales compuestos reforzados con partículas de SiC han sido similares (Brechet et al 1991, Lewis et al 1995 y LLorca 1995).

---

<sup>9</sup>Estos autores calculan la tensión media que actúa sobre los refuerzos siguiendo alguno de los modelos micromecánicos descritos al comienzo de este capítulo, incluyendo el efecto del factor de forma de las partículas cerámicas. Por otra parte, ajustan la distribución de los refuerzos en función del volumen y el factor de forma. Integrando el producto de cada una de estas expresiones por la probabilidad de fractura, determinada por la estadística de Weibull, se obtienen expresiones para la probabilidad de fractura de los refuerzos en función del tamaño y el factor de forma.

Tabla 5.1: Estimaciones de los parámetros  $m$  y  $\sigma_0$  para las partículas de SiC.

m	1	3	6
$\sigma_0$ (MPa)	4230	1774	1428

### Resultados

La transferencia de carga de la matriz al refuerzo tuvo lugar durante la deformación del MCMM y el modelo presentado permite calcular las tensiones medias,  $\bar{\sigma}_p$ , que actuaron sobre las partículas cerámicas en función de la deformación del compuesto (figura 5.7). La resistencia de la matriz del compuesto en la condición T651 es mayor que en la condición T4 así como su capacidad de endurecimiento por deformación inicial. Como consecuencia, la tensión que soportaron las partículas cerámicas aumentó más rápidamente en la condición T651 que en la condición T4 (Justice et al 1996).

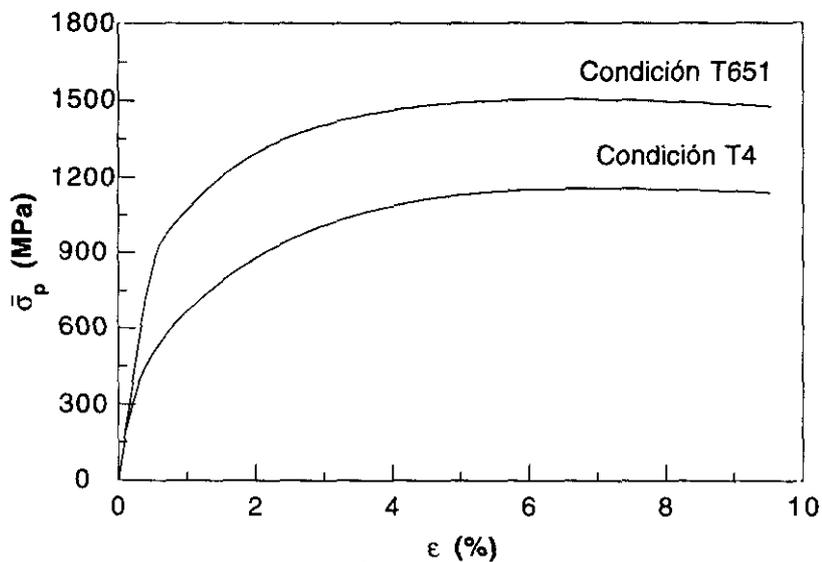


Figura 5.7: Evolución de la tensión media que actúa sobre los refuerzos.

La rotura progresiva de las partículas cerámicas se produjo al transferirse carga de la matriz al refuerzo. Las predicciones de la fracción de partículas fracturadas en función de la deformación aparecen en la figura 5.8. Las tensiones en las partículas fueron mayores en la condición

T651, y el modelo predijo una fracción de partículas rotas próxima al 20% cuando la deformación del compuesto alcanzó valores en torno al 1%. Para alcanzar una fracción semejante de partículas fracturadas en la condición T4 fue necesario alcanzar deformaciones en torno al 6%.

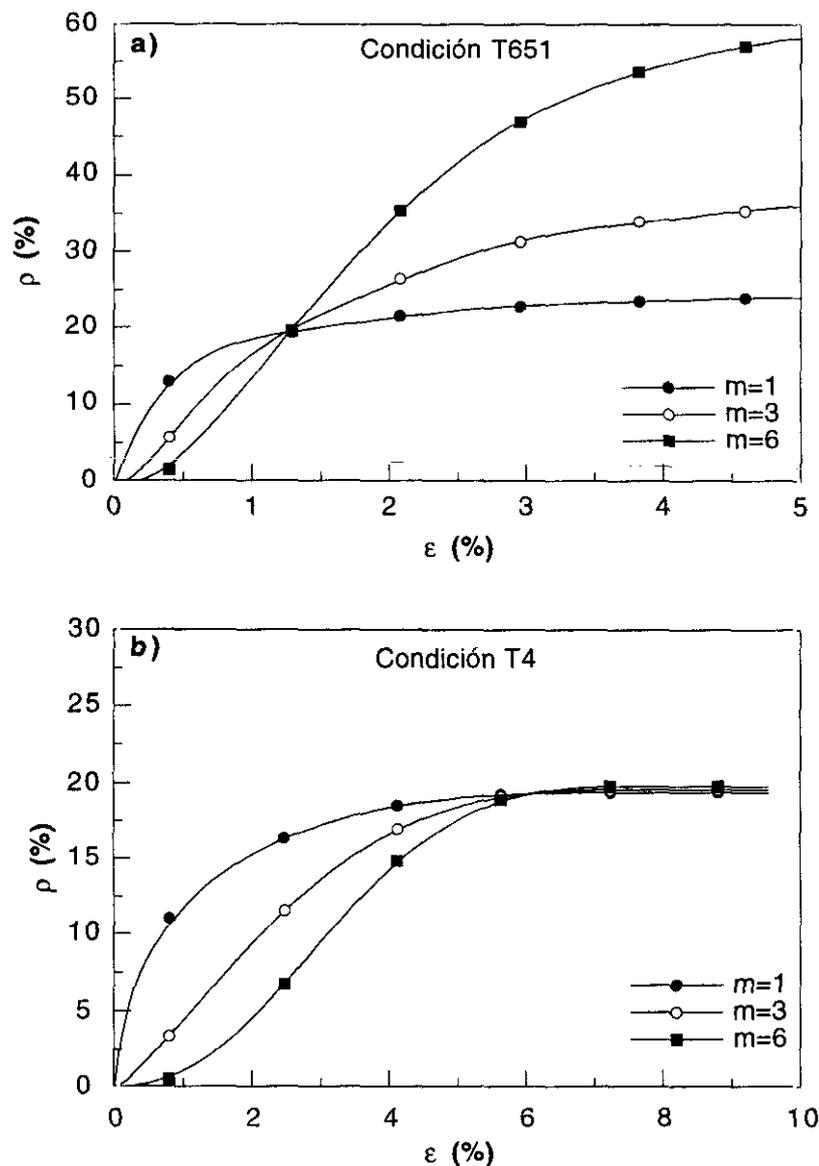


Figura 5.8: Evolución de la rotura del refuerzo durante la deformación. a) Condición T651. b) Condición T4.

La fracción de partículas rotas en la condición T651 para  $m=6$  creció rápidamente al aumentar la deformación por encima del 1% debido a que la tensión media que soportan los refuerzos se acercó a  $\sigma_0$ . Por el

contrario, la rotura del refuerzo se produjo más lentamente para  $m=1$  puesto que las tensiones en las partículas fueron muy inferiores al correspondiente valor de  $\sigma_0$ . La fracción de partículas rotas en la condición T4 permaneció prácticamente constante para deformaciones mayores del 6% debido a que la tensión que actúa sobre los refuerzos no aumentó a partir de ese momento.

Las predicciones de las curvas tensión-deformación monótona en los dos tratamientos térmicos estudiados se han representado en la figura 5.9. Únicamente se han dibujado las curvas obtenidas para  $m=1$  y  $m=6$  (y sus correspondientes valores de  $\sigma_0$ ). Los resultados para valores intermedios del módulo de Weibull se encuentran entre ambos. También se ha incluido la curva extrema que no considera rotura del refuerzo ( $\rho=0$ ). Inicialmente las curvas tensión-deformación aparecen próximas a la curva correspondiente a  $\rho=0$ . El modelo reproduce la mejora de las propiedades elásticas del MCMM con respecto a la aleación sin reforzar aumentando el módulo de Young desde 80 GPa en la aleación hasta 106 GPa en el compuesto. La diferencia con la curva correspondiente a  $\rho=0$  aumentó con la deformación al producirse la fractura de las partículas cerámicas.

Las predicciones de la capacidad de endurecimiento por deformación,  $d\bar{\sigma}/d\epsilon$ , en función de la deformación del compuesto se han representado en la figura 5.10 donde se ha incluido la curva obtenida con  $\rho=0$ . Estas curvas ponen de manifiesto la reducción de la capacidad de endurecimiento por deformación producida por la fractura de las partículas cerámicas. Este efecto es más importante en la condición T651 donde la rotura del refuerzo se produce bruscamente al aumentar la deformación por encima del 1%. Por el contrario, las partículas cerámicas se rompen lentamente en la condición T4, y por ese motivo, la velocidad de endurecimiento por deformación apenas se modifica al considerar la rotura del refuerzo con respecto a la curva correspondiente a  $\rho=0$ .

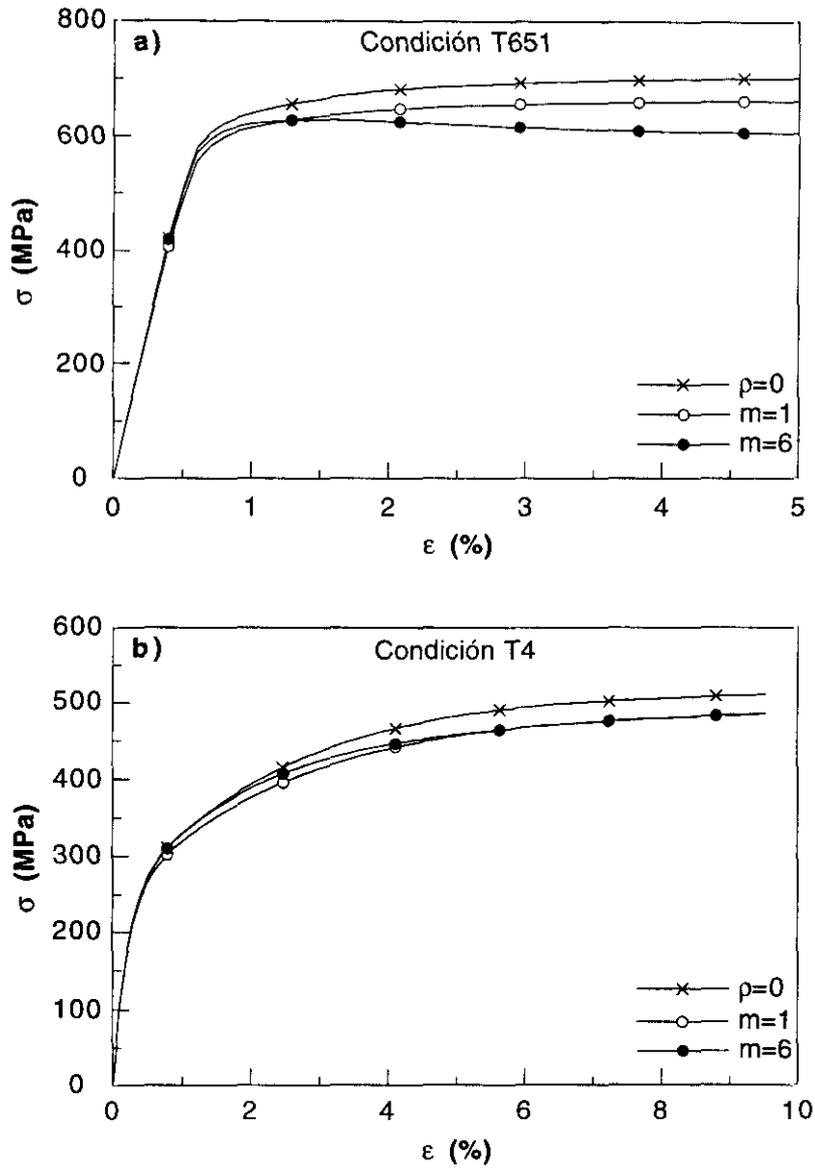


Figura 5.9: Predicciones de la curva tensión-deformación monótona del material compuesto. a) Condición T651. b) Condición T4.

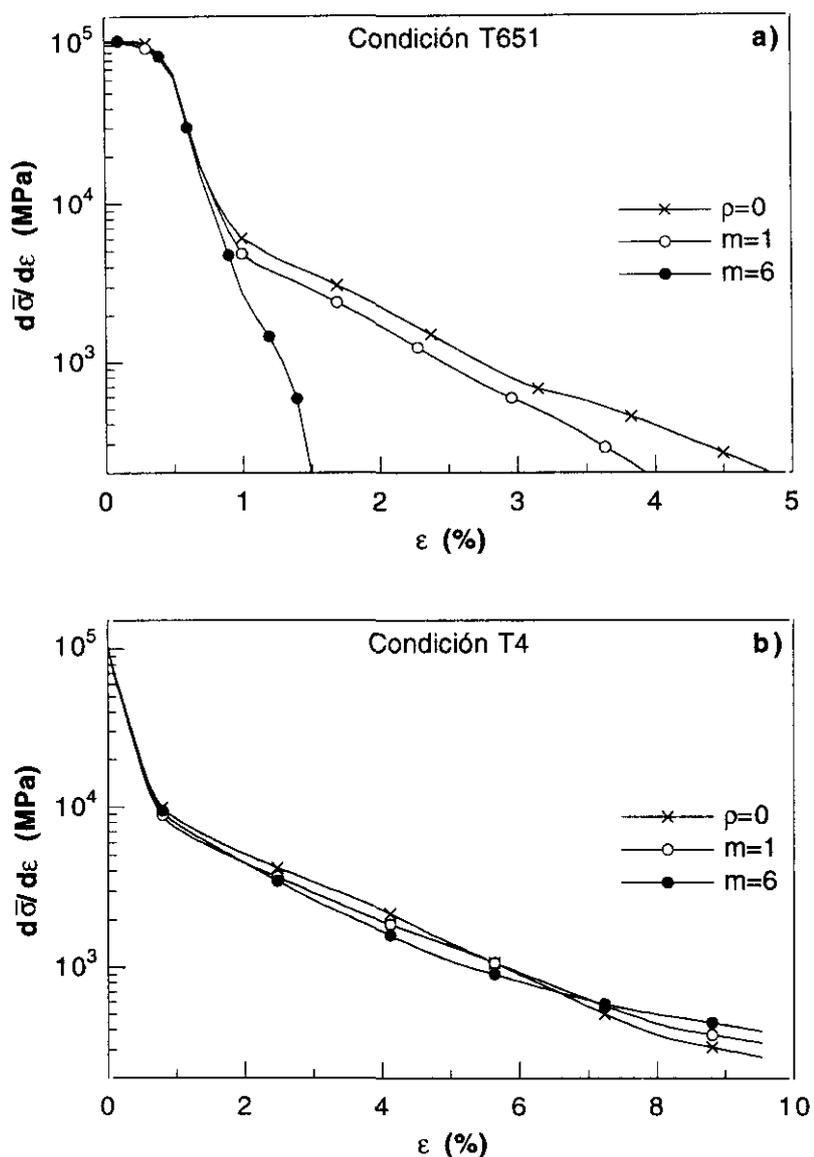


Figura 5.10: Predicciones de la capacidad de endurecimiento por deformación del material compuesto. a) Condición T651. b) Condición T4.

Las curvas tensión-deformación numéricas proporcionaron una buena estimación del comportamiento del compuesto, como se puede observar en la figura 5.11. El modelo reprodujo con exactitud el comportamiento elástico del MCM con un módulo de Young igual 106 GPa. Sin embargo, sobrestimó la respuesta mecánica de los materiales estudiados en la zona plástica de la curva tensión-deformación. Estas discrepancias fueron más importantes en la condición T651.

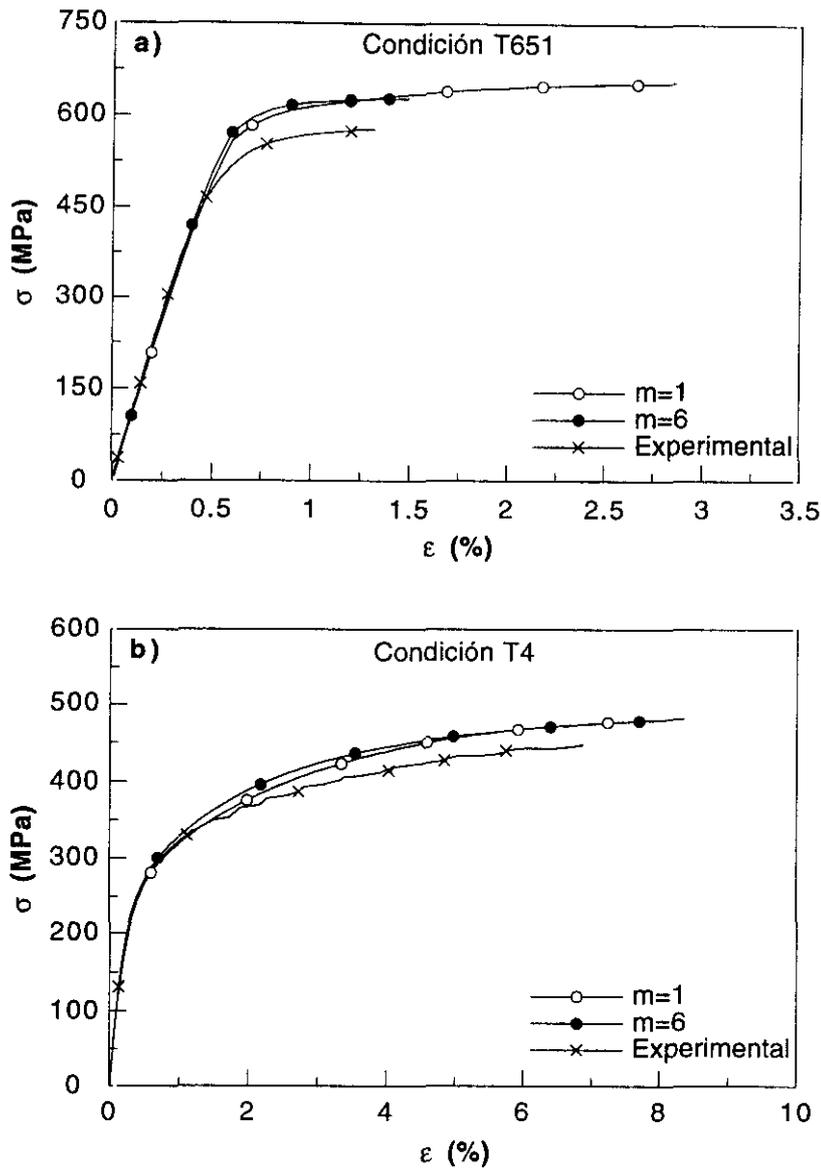


Figura 5.11: Predicciones de la curva tensión-deformación del material compuesto junto con los resultados experimentales. a) Condición T651. b) Condición T4.

Un análisis más detallado de estas diferencias se puede realizar comparando las velocidades de endurecimiento por deformación observadas experimentalmente con las predicciones del modelo. Las predicciones de  $d\bar{\sigma}/d\epsilon$  para el compuesto en la condición T4 fueron muy similares a los resultados experimentales para deformaciones inferiores a la de rotura (figura 5.12). Sin embargo, el modelo sobrestimó la capacidad de endurecimiento por deformación del compuesto en la condición T651 durante las primeras etapas de la deformación plástica (figura 5.13). En este tratamiento térmico se observó una ZLP  $\delta'$  alrededor de las partículas

cerámicas. Esta zona más débil podría hacer menos eficientes los mecanismos de transferencia de carga de la matriz al refuerzo reduciendo el efecto endurecedor de las partículas cerámicas durante estas primeras etapas de la deformación plástica. Al aumentar la deformación en el compuesto, la curva experimental se aproximó a las predicciones del modelo hasta alcanzar deformaciones próximas a la rotura.

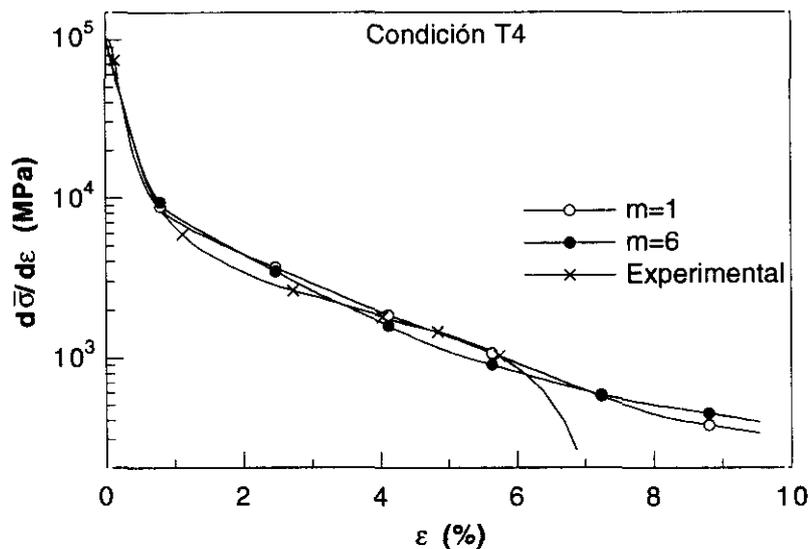


Figura 5.12: Predicciones de la capacidad de endurecimiento por deformación del material compuesto en la condición T4 junto con los resultados experimentales.

La capacidad de endurecimiento por deformación medida experimentalmente disminuyó bruscamente para deformaciones próximas a la de rotura. Esta caída de  $d\bar{\sigma}/d\epsilon$  se produjo como consecuencia de la localización del daño que tuvo lugar en la etapa previa a la rotura final del material. Este hecho no se consideró en el modelo y por tanto las predicciones de la capacidad de endurecimiento por deformación no lo reflejan.

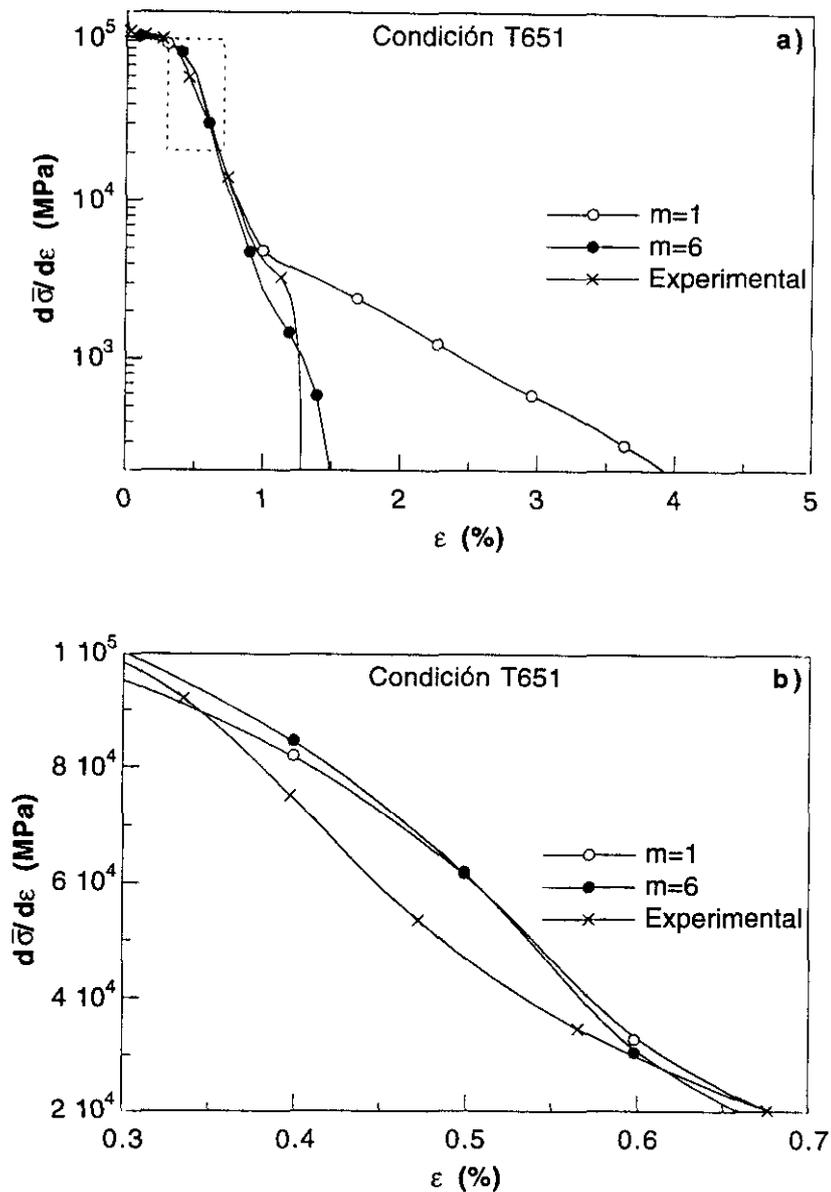


Figura 5.13: a) Predicciones de la capacidad de endurecimiento por deformación del material compuesto en la condición T651 junto con los resultados experimentales. b) Detalle de la zona señalada en la figura anterior, correspondiente a las primeras etapas de la deformación plástica.

Las predicciones de la ductilidad y fracción de refuerzos fracturados en el momento de la rotura se han recogido en la tabla 5.2 junto a los resultados observados experimentalmente. Las predicciones de la ductilidad en la condición T4 fueron poco sensibles al valor del módulo de Weibull porque la fracción de refuerzos fracturados también lo fue para las deformaciones cercanas a la de rotura (figura 5.8). Por el contrario, la fracción de partículas rotas en la condición T651 aumentó rápidamente

con  $m$  a partir de deformaciones próximas al 1%, disminuyendo la capacidad de endurecimiento por deformación del compuesto. Como consecuencia, la condición de inestabilidad plástica se alcanzó para deformaciones menores al aumentar  $m$ . En cualquier caso, las predicciones de la ductilidad presentaron un buen acuerdo con los resultados experimentales indicando que el criterio de Considère es adecuado para predecir la ductilidad de los MCM.

Tabla 5.2 Predicciones de la ductilidad y refuerzos fracturados durante la deformación.

m	T651		T4	
	$\epsilon_u$ (%)	$\rho$ (%)	$\epsilon_u$ (%)	$\rho$ (%)
1	2.8	22.6	7.7	19.4
3	2.1	25.8	7.9	19.5
6	1.4	21.7	8.3	19.8

Resultados experimentales

1.5	21.5	6.5	19.3
-----	------	-----	------

Las predicciones del porcentaje de partículas rotas durante la deformación no se pudieron comparar directamente con los resultados experimentales al no haberse medido experimentalmente la evolución del daño. Esta tarea requeriría ensayar a tracción varias probetas de material compuesto hasta diferentes valores de la deformación y estudiar metalográficamente cada muestra. Como este proceso hubiera resultado muy costoso se procedió a comparar los resultados del modelo con la degradación experimental del módulo de Young.

De acuerdo con el modelo de isodeformación, la degradación de las propiedades elásticas con la deformación es función de la fracción de partículas rotas. Según la ecuación (5.2) el módulo de Young del compuesto,  $E$ , viene expresado como

$$E = E^I(1 - \rho) + E^D\rho \tag{5.14}$$

donde  $E^I$  es el módulo de Young de la celda intacta, donde no aparece rotura del refuerzo, y  $E^D$  es el módulo de Young correspondiente a la

celda dañada, donde el refuerzo está fracturado. Los valores de  $E^I$  y  $E^D$  se obtuvieron a partir de la pendiente inicial de las curvas  $\sigma^I-\varepsilon$  y  $\sigma^D-\varepsilon$  calculadas mediante el análisis por elementos finitos de las celdas unitarias. Las fracciones de partículas rotas en función de la deformación se encuentran calculadas en la figura 5.8. Si se desea expresar el módulo del compuesto de forma adimensional,  $E^*$ , se puede escribir

$$E^* = \frac{E}{E_0} = (1-\rho) + \frac{E^D}{E^I}\rho \quad (5.15)$$

donde  $E_0$  representa el módulo de Young del compuesto antes de deformarse y coincide con  $E^I$ .

Evidentemente, este modelo teórico supone que las propiedades elásticas de la matriz permanecen constantes durante la deformación. Esta hipótesis es adecuada para estudiar el comportamiento del compuesto en la condición T651 donde la degradación del módulo de Young se produjo exclusivamente por la fractura progresiva de las partículas de refuerzo. Prueba de ello es que no se observó esta degradación en la aleación sin reforzar hasta que no se alcanzaron deformaciones muy cercanas a la de rotura. Por el contrario, la reducción de las propiedades elásticas en las primeras etapas de la deformación del compuesto en la condición T4 se debió a la degradación de las propiedades de la matriz (apartado 4.1.2).

Para poder comparar los resultados experimentales con las predicciones del modelo, con independencia del módulo de Young de la matriz, se obtuvo el parámetro  $E^*$  a partir de los resultados experimentales de acuerdo con

$$E^* = \frac{E}{E_0} \bigg/ \frac{E_m}{E_m^0} = \frac{E}{E_0} \left[ \frac{E_m}{E_m^0} \right]^{-1} \quad (5.16)$$

donde  $E$  y  $E_m$  son respectivamente los módulos de Young del compuesto y la matriz durante la deformación, y  $E_0$  y  $E_m^0$  son los módulos de Young iniciales del compuesto y la matriz respectivamente. La doble adimensionalización permite eliminar los errores experimentales

debidos a las diferencias entre probetas así como excluir el efecto de la degradación de  $E_m$  con la deformación. Por lo tanto, el parámetro  $E^*$  representa la variación de las propiedades elásticas del MCMM por la rotura del refuerzo y sería igual a la unidad si la degradación del módulo del compuesto fuera debida únicamente a la degradación de las propiedades elásticas de la matriz, mientras que disminuiría a medida que tuviera lugar la rotura del refuerzo.

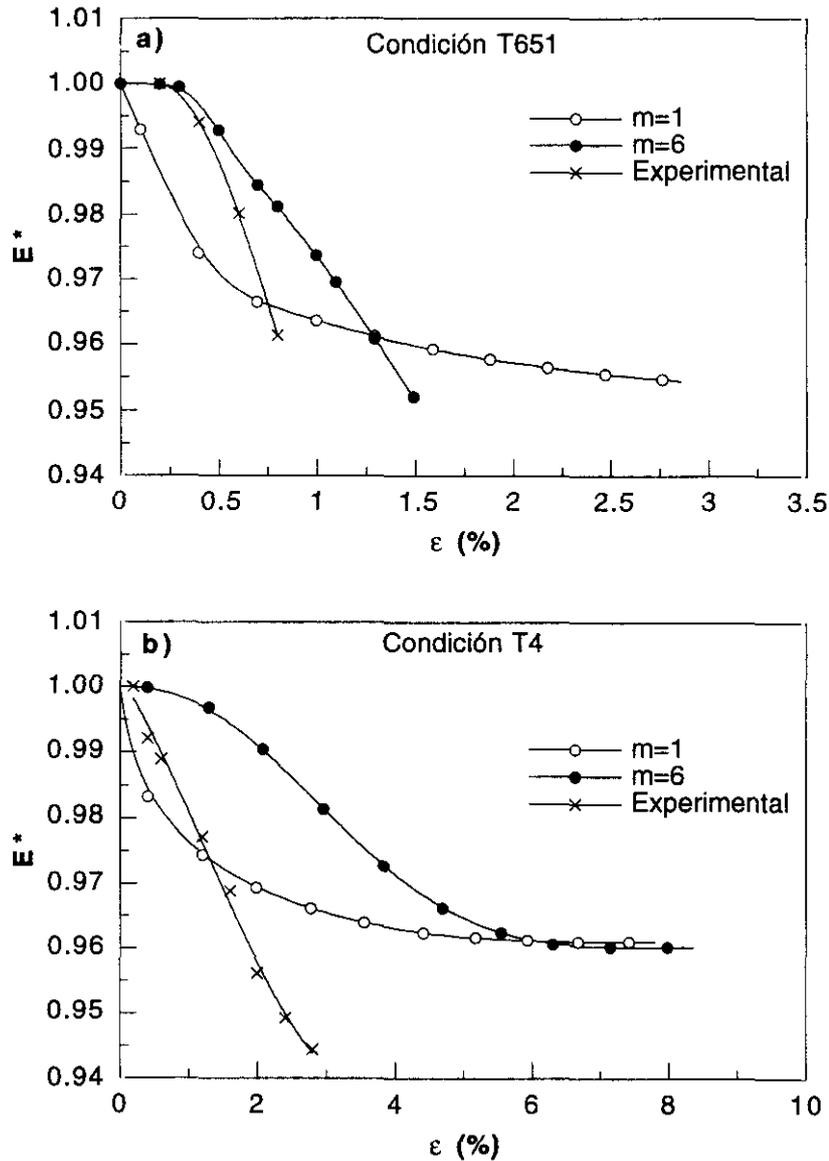


Figura 5.14: Degradación de las propiedades elásticas de los materiales compuestos. a) Condición T651. b) Condición T4.

Los valores de  $E$  se midieron para cada deformación durante la descarga (figura 4.6) y el módulo de Young medido durante la primera descarga, tras alcanzar el material una deformación del 0.2%, se tomó como módulo inicial,  $E_0$ . Los valores de  $E_m$  y  $E_m^0$  se obtuvieron de manera semejante a partir de los ensayos con descargas periódicas realizados sobre la aleación sin reforzar (figura 4.5). El cociente  $E_m/E_m^0$  fue igual a la unidad en la condición T651. Por el contrario, la degradación de las propiedades de la matriz se reflejó en el comportamiento del compuesto en la condición T4 y fue necesario tener en cuenta este efecto (figuras 4.5 y 4.6).

La variación con la deformación del parámetro  $E^*$  obtenida a partir de los resultados experimentales y de las predicciones del modelo se representa en la figura 5.14. Los resultados numéricos presentaron un buen acuerdo con las medidas experimentales, especialmente en la condición T651 donde la degradación de las propiedades elásticas del compuesto se debió únicamente a la rotura progresiva de los refuerzos.

### **5.3.2 Comportamiento bajo carga cíclica**

El comportamiento bajo carga cíclica de los MCM se puede estudiar utilizando modelos basados en el análisis por elementos finitos de una celda unidad representativa del material. Estos modelos simulan la deformación cíclica del compuesto imponiendo en la celda unidad un desplazamiento alterno  $\pm U$  hasta alcanzar la saturación del lazo de histéresis. Realizando estos cálculos para diferentes semiamplitudes de deformación pueden calcularse los distintos lazos de histéresis estables y la curva tensión-deformación cíclica se obtiene trazando la envolvente los extremos de los lazos de histéresis (LLorca 1994b y LLorca et al 1992 y 1995a). Este método permite conocer la evolución de las tensiones y deformaciones en el material al sucederse los ciclos de deformación y es posible introducir el efecto del daño en forma de fractura de las partículas de una manera similar a la presentada en el apartado anterior. Sin embargo, al considerar la matriz como un sólido elastoplástico con

endurecimiento isótropo se tiende a sobrestimar la capacidad de endurecimiento por deformación de la matriz y, por tanto, la curva tensión-deformación cíclica del compuesto, especialmente en materiales madurados a temperatura ambiente. Para solventar esta dificultad puede emplearse un modelo de endurecimiento cinemático (que representa de un modo más realista el comportamiento cíclico de la matriz) o bien utilizar en los cálculos la curva tensión-deformación cíclica de la matriz y obtener la curva tensión-deformación cíclica del compuesto a partir de un ensayo de tracción donde la ecuación constitutiva de la matriz es su curva tensión-deformación cíclica. Este método no permite estudiar la evolución de las tensiones y deformaciones en el material al sucederse los ciclos de deformación. Sin embargo, tiene la ventaja de introducir en el modelo, de un modo realista, el endurecimiento o ablandamiento por deformación cíclica que experimenta la matriz. Esta última opción fue la elegida en esta tesis doctoral para modelizar el comportamiento cíclico del MCMM.

Como se ha indicado en los capítulos anteriores, al deformar cíclicamente un material, manteniendo constante la amplitud de deformación, las tensiones necesarias para alcanzar la deformación impuesta varían a lo largo del proceso de deformación cíclica. Tras este estado transitorio se alcanza una tensión de saturación. La representación de la semiamplitud de la tensión de saturación frente a la semiamplitud de deformación impuesta constituye la curva tensión-deformación cíclica del material. El modelo propuesto permite calcular la tensión de saturación correspondiente a cada semiamplitud de deformación y de este modo la curva tensión-deformación cíclica.

La curva tensión-deformación cíclica del MCMM se estudió imponiendo un desplazamiento creciente a las celdas intacta y dañada de un modo similar al descrito al analizar el comportamiento en tracción del compuesto. La tensión de saturación,  $\bar{\sigma}_c$ , en el material compuesto se obtuvo según

$$\bar{\sigma}_c = \sigma_c^I(1-\rho) + \sigma_c^D\rho \quad (5.17)$$

donde  $\rho$  es la fracción de refuerzos fracturados, y  $\sigma_c^I$  y  $\sigma_c^D$  son las tensiones de saturación de las celdas intacta y dañada respectivamente. La fracción de partículas rotas se obtuvo según la expresión

$$\rho = 1 - \frac{1}{\left[ 1 + \frac{\bar{V}}{2.4V_0} \left[ \frac{\bar{\sigma}_{pc}}{\sigma_0} \right]^m \right]^2} \quad (5.18)$$

donde  $\bar{\sigma}_{pc}$  es la tensión máxima de tracción que soportan los refuerzos durante la deformación cíclica.

#### *Propiedades de la matriz*

La matriz se consideró como un sólido elastoplástico de modo similar al descrito al estudiar el comportamiento en tracción del compuesto. La curva tensión-deformación plástica cíclica se determinó a partir de los ensayos de deformación cíclica realizados sobre la aleación sin reforzar en las mismas condiciones que el material compuesto. Esta elección supone asumir que el comportamiento de la matriz no se modificó substancialmente por la presencia del refuerzo cerámico.

Como se indicó en el apartado anterior, esta hipótesis no presenta problemas importantes en la condición T651, mientras que el comportamiento de la matriz del compuesto puede modificarse en la condición T4 con respecto a la aleación sin reforzar debido al incremento en la densidad de dislocaciones. Sin embargo, estas diferencias deben ser menores en deformación cíclica que en tracción debido a que la densidad de dislocaciones generada durante aquella fue mayor que en esta. En consecuencia, las diferencias microestructurales entre la matriz del compuesto y la aleación sin reforzar se redujeron al sucederse los ciclos de deformación porque la densidad de dislocaciones aumentó rápidamente en los dos. Por tanto, las diferencias entre las curvas tensión-deformación cíclica de la matriz del compuesto y la aleación sin reforzar fueron

menores que las discrepancias entre las curvas tensión-deformación monótonas.

*Propiedades del refuerzo*

El comportamiento de las partículas de SiC se consideró elástico e isótropo con propiedades idénticas a las descritas al estudiar el comportamiento en tracción del MCM. Para caracterizar la resistencia de los refuerzos se consideraron los mismos parámetros  $m$ ,  $V_0$  y  $\sigma_0$  estimados al estudiar la curva tensión-deformación monótona.

*Resultados*

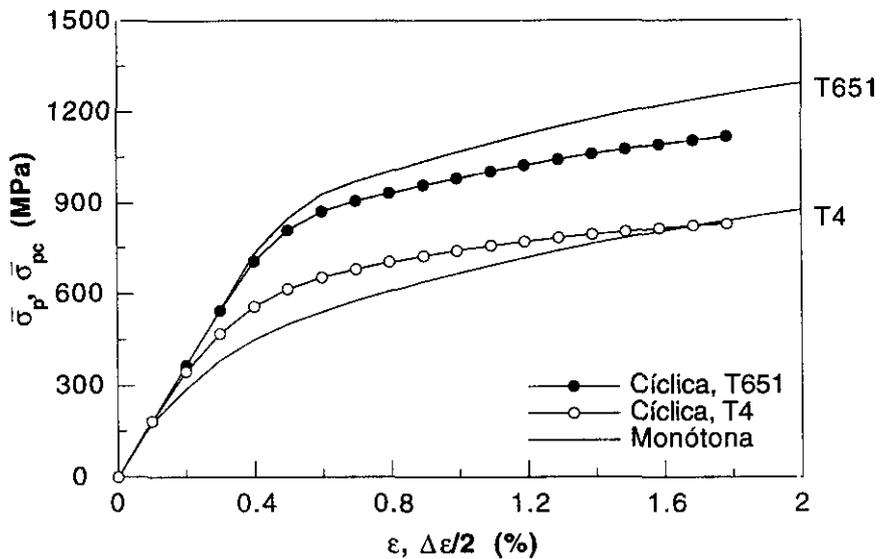


Figura 5.15: Máxima tensión de tracción sobre los refuerzos en deformación cíclica y monótona en función de la semiamplitud de deformación cíclica ( $\Delta\epsilon/2$ ) o de la deformación aplicada ( $\epsilon$ ).

La evolución de la máxima tensión de tracción sobre los refuerzos durante la deformación cíclica,  $\bar{\sigma}_{pc}$ , se ha representado en función de la semiamplitud de deformación,  $\Delta\epsilon/2$ , en la figura 5.15 junto con las predicciones obtenidas para el comportamiento en tracción. Estos

resultados reflejaron los cambios en las propiedades de la matriz durante la deformación cíclica. Al endurecimiento observado en la condición T4 le correspondió un aumento de la tensión sobre las partículas con respecto a tracción para el mismo nivel de deformación. El fenómeno contrario se dio en el compuesto en la condición T651, donde la matriz presentó ablandamiento durante la deformación cíclica.

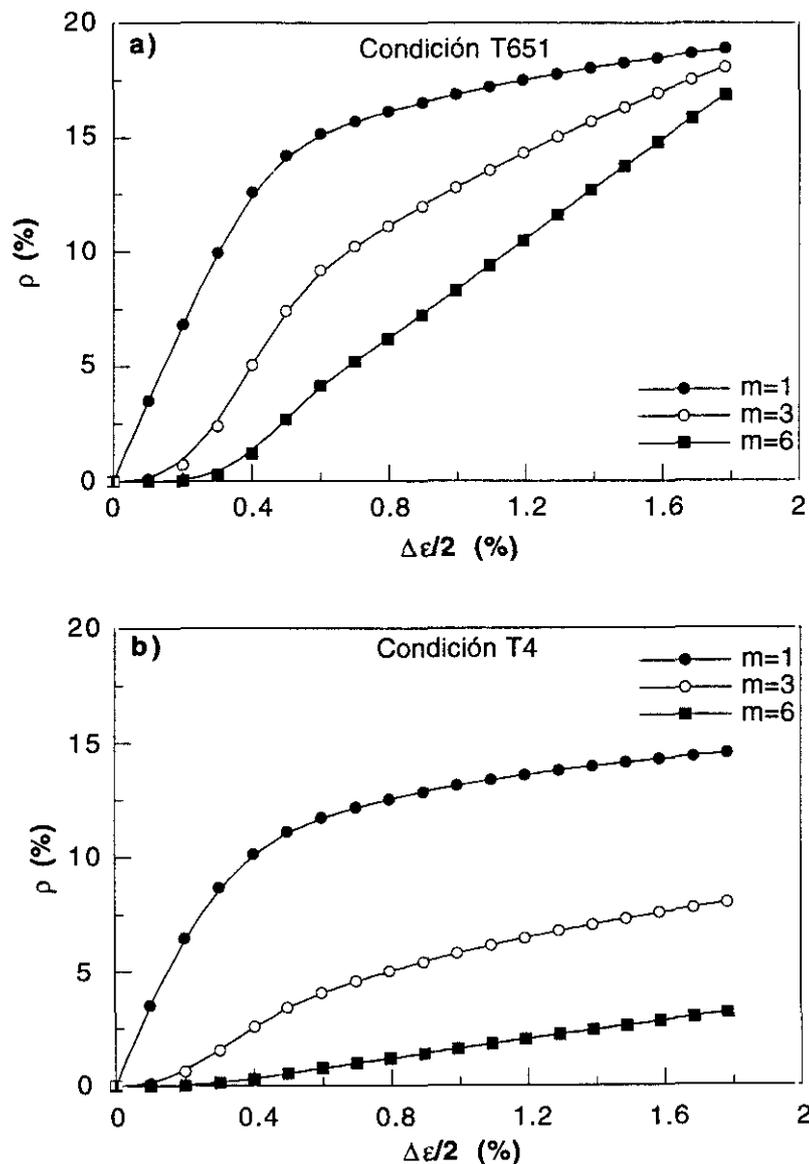


Figura 5.16: Evolución de la rotura del refuerzo durante la deformación cíclica. a) Condición T651. b) Condición T4.

Las predicciones de la fracción de partículas rotas en función de la semiamplitud de deformación cíclica se han representado en la figura 5.16. La tensión máxima de tracción que soportaron los refuerzos en la condición T4 fue pequeña en comparación con  $\sigma_0$  para las semiamplitudes de deformación consideradas. Como consecuencia, la fracción de partículas rotas no alcanzó valores importantes, especialmente para valores del módulo de Weibull elevados. La rotura del refuerzo se produjo lentamente al aumentar la semiamplitud de deformación. Para valores pequeños del módulo de Weibull la rotura del refuerzo se produjo para tensiones muy inferiores o superiores a  $\sigma_0$  y, por esta razón, la fracción de partículas rotas aumentó al disminuir  $m$ . La tensión máxima de tracción que soportaron los refuerzos en la condición T651 fue más elevada y la fracción de partículas rotas alcanzó valores más importantes.

Las predicciones de las curvas tensión-deformación cíclica en los dos tratamientos térmicos estudiados se han representado en la figura 5.17. Únicamente se han dibujado las curvas obtenidas para  $m=1$  y  $m=6$  (y sus correspondientes valores de  $\sigma_0$ ). Los resultados para valores intermedios del módulo de Weibull se encuentran entre ambos. También se ha incluido la curva extrema que no considera rotura del refuerzo ( $\rho=0$ ). A diferencia de los resultados encontrados en tracción, todas las curvas estuvieron muy cercanas debido a que las predicciones de la fracción de partículas rotas fueron muy inferiores. Las discrepancias con la curva correspondiente a  $\rho=0$  fueron más importantes en la condición T651 debido a que en este tratamiento térmico el modelo predijo la rotura de un porcentaje de refuerzos mayor.

Las predicciones de la capacidad de endurecimiento por deformación,  $d\bar{\sigma}_c/d\epsilon$ , en función de la semiamplitud de deformación del compuesto se han representado en la figura 5.18 donde se ha incluido la curva obtenida con  $\rho=0$ . Estas curvas ponen de manifiesto la ligera reducción de la capacidad de endurecimiento por deformación producida por la fractura de las partículas cerámicas. La caída de  $d\bar{\sigma}_c/d\epsilon$  fue más acusada en la condición T651 para  $m=6$  debido a que en este caso la rotura del refuerzo se produjo de manera más brusca.

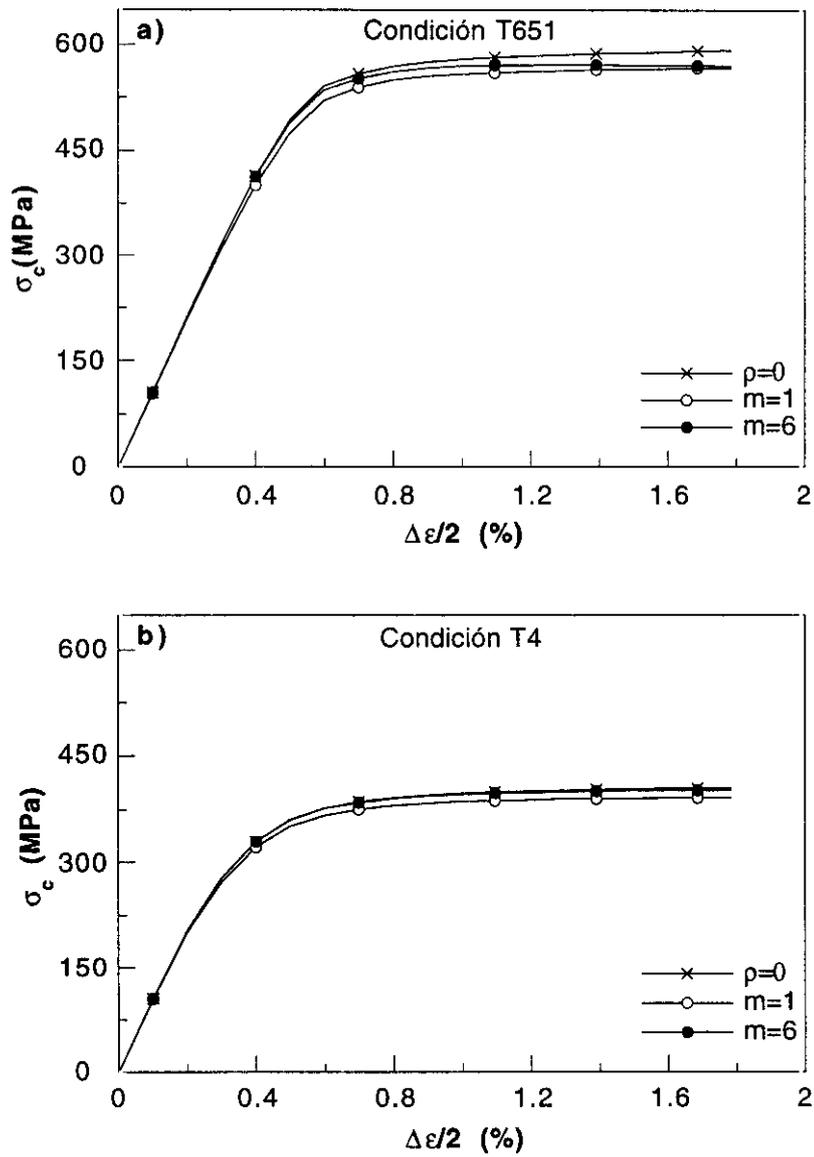


Figura 5.17: Predicciones de la curva tensión-deformación cíclica del material compuesto. a) Condición T651. b) Condición T4.

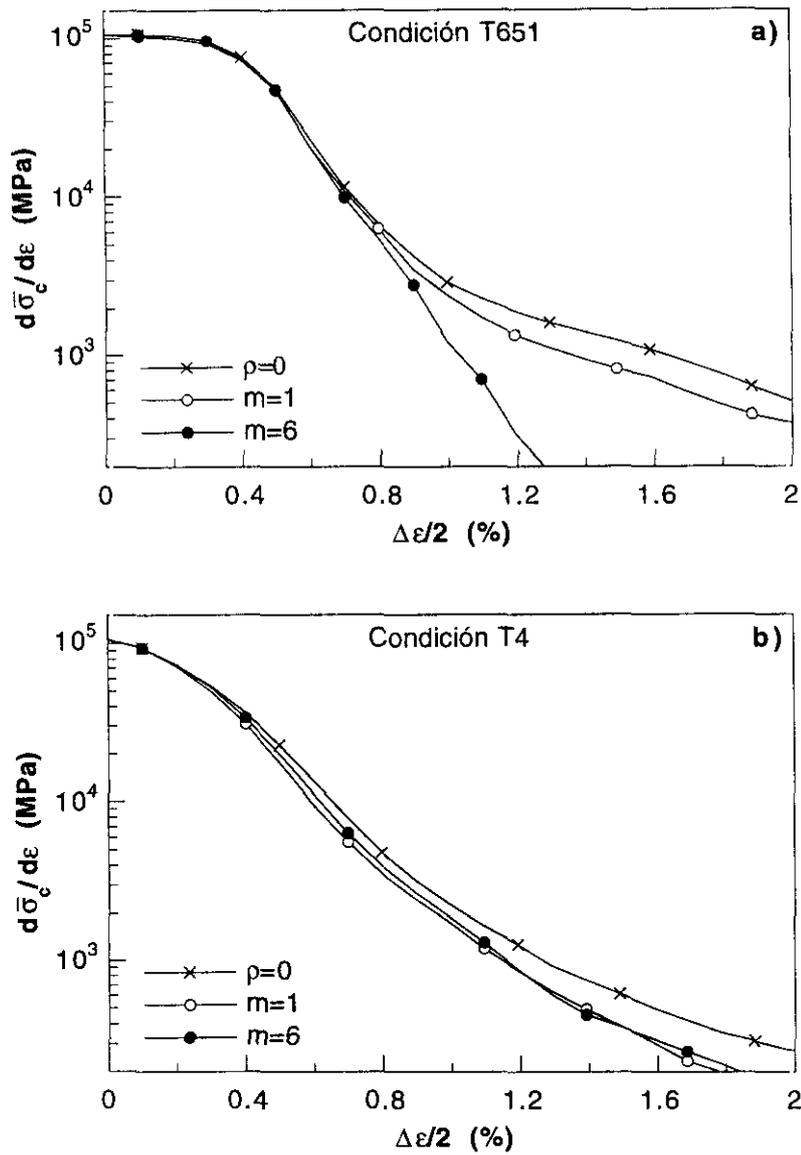


Figura 5.18: Predicciones de la capacidad de endurecimiento por deformación cíclica del material compuesto. a) Condición T651. b) Condición T4.

Las predicciones del modelo proporcionaron una buena estimación de la curva tensión-deformación cíclica del compuesto como puede observarse en la figura 5.19, donde las predicciones del modelo se han comparado con la curva tensión-deformación cíclica medida incrementando progresivamente la semiamplitud de deformación. El modelo sobrestimó ligeramente la respuesta mecánica en la condición T651 aunque estas discrepancias fueron menos importantes que las encontradas en tracción.

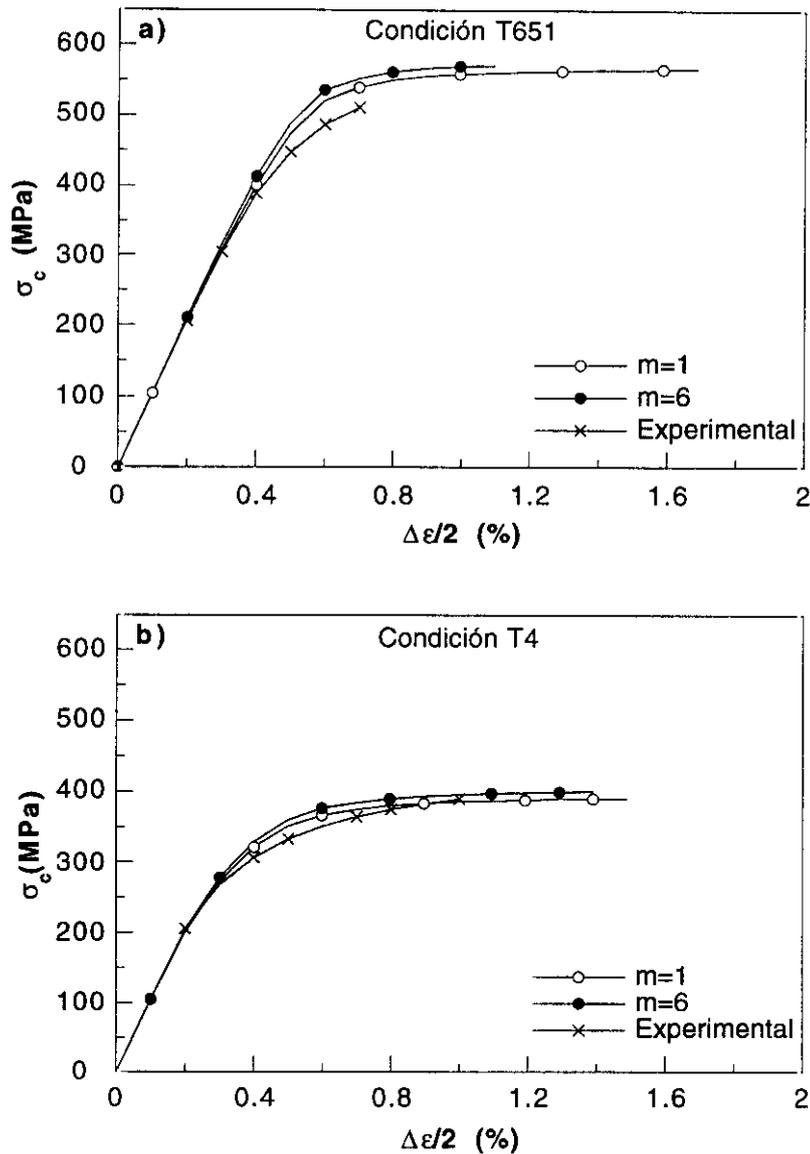


Figura 5.19: Predicciones de la curva tensión-deformación cíclica del material compuesto. a) Condición T651. b) Condición T4.

Un análisis más detallado de estas diferencias puede realizarse comparando las capacidades de endurecimiento por deformación observadas experimentalmente con las predicciones del modelo (figura 5.20). Al estudiar el comportamiento bajo carga monótona se indicó que las discrepancias del modelo frente a los resultados experimentales en la condición T651 se debieron a la existencia de una ZLP  $\delta'$  alrededor de las partículas cerámicas. Esta zona más débil podría hacer menos eficientes los mecanismos de transferencia de carga de la matriz al refuerzo. Al deformar cíclicamente el compuesto esta zona endureció más

rápidamente que en tracción y, por tanto, las discrepancias entre el modelo y los resultados experimentales fueron menores. Al igual que en los ensayos de tracción, la capacidad de endurecimiento por deformación cíclica medida experimentalmente disminuyó bruscamente al acercarse la rotura. Esta caída de  $d\bar{\sigma}_c/d\varepsilon$  fue consecuencia de la localización del daño en la etapa previa a la rotura final del material.

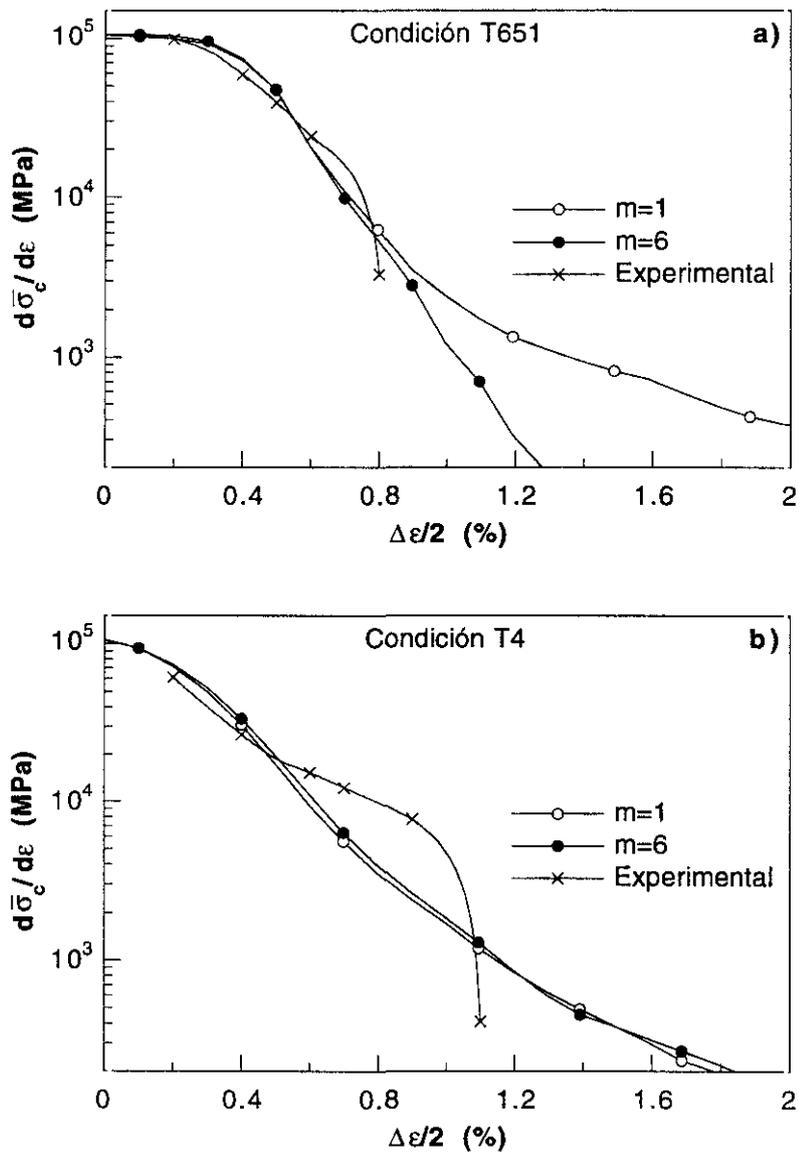


Figura 5.20: Predicciones de la capacidad de endurecimiento por deformación cíclica del material compuesto junto con los resultados experimentales. a) Condición T651. b) Condición T4.

Tal como se indicó al justificar el modelo, la ductilidad cíclica del MCMM pudo obtenerse por el criterio de Considère (tabla 5.3). Las predicciones del modelo presentan un buen acuerdo con los resultados experimentales en los dos tratamientos térmicos estudiados.

Tabla 5.3 Predicciones de la ductilidad cíclica del MCMM.

	T651	T4
m	$\epsilon_{uc}$ (%)	$\epsilon_{uc}$ (%)
1	1.7	1.5
3	1.3	1.4
6	1.1	1.4
Resultados experimentales		
	0.7	1.0

# CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO

En este capítulo se presentan las conclusiones del trabajo realizado y las posibles líneas de trabajo futuro.

### 6.1 CONCLUSIONES

Como resumen de la investigación desarrollada en esta tesis doctoral se exponen a continuación las conclusiones más relevantes.

- La presencia del refuerzo cerámico modificó la microestructura del material compuesto favoreciendo la nucleación de precipitados semicoherentes y dificultando la aparición de fases coherentes. En la condición T651 se desarrolló una zona libre de precipitados  $\delta'$  en la intercara partícula-matriz y la fase S' fue más abundante, al menos cualitativamente, en el compuesto que en la aleación sin reforzar. La fase  $\delta'$  no se desarrolló en el MCMM en la condición T4.
- Los mecanismos de deformación en tracción del compuesto no se modificaron con respecto a la aleación sin reforzar en la condición T651. En ambos casos el precipitado semicoherente S' endureció los materiales según el mecanismo de Orowan.
- Los mecanismos de deformación en tracción del compuesto en la condición T4 cambiaron con respecto a los observados en la aleación sin reforzar. El incremento

en la densidad de dislocaciones en el compuesto, y la consiguiente reducción del recorrido libre medio, evitó la localización de la deformación en bandas de deslizamiento.

- El mecanismo de rotura dominante en tracción en el material compuesto fue la fractura frágil del refuerzo cerámico. La rotura progresiva de los refuerzos se produjo de manera homogénea durante la deformación hasta que se agotó la capacidad de endurecimiento por deformación de la matriz. A partir de ese momento el daño se localizó en una sección de la probeta. La velocidad de endurecimiento por deformación se redujo rápidamente y se alcanzó la condición de inestabilidad plástica que dio lugar a la rotura final del material por la coalescencia de las cavidades nucleadas en torno a las partículas de SiC fracturadas.
- La probabilidad de fractura de las partículas de mayor tamaño y forma alargada fue superior a la de los refuerzos pequeños y de forma equiaxial.
- La aleación y el compuesto presentaron un ablandamiento muy ligero por deformación cíclica en la condición T651. Por el contrario, ambos materiales mostraron un notable endurecimiento por deformación cíclica en la condición T4. El endurecimiento del compuesto fue menos importante que el observado en la aleación sin reforzar.
- Los mecanismos de deformación cíclica del MCMM no se modificaron con respecto a la aleación sin reforzar en la condición T651. Las dislocaciones quedaron atrapadas en las intercaras de los precipitados semicoherentes S' y no se produjo la interacción entre las dislocaciones generadas durante la deformación cíclica dando lugar a una respuesta cíclica estable.

- La interacción entre las dislocaciones fue la causa del endurecimiento por deformación cíclica observado en el compuesto y la aleación en la condición T4. Se observó la formación de bandas de deslizamiento durante la deformación cíclica en algunos granos de la aleación sin reforzar pero no en el material compuesto debido, posiblemente, a la reducción del recorrido libre medio de las dislocaciones.
- La rotura bajo carga cíclica del compuesto se produjo por la rotura progresiva de las partículas de SiC, siguiendo un proceso análogo al de tracción.
- El modelo presentado proporciona una buena estimación de las curvas tensión-deformación monótona y cíclica, aunque sobrestima ligeramente la respuesta mecánica del MCMM especialmente en la condición T651.
- El modelo presentado tiene en cuenta el efecto de la rotura de las partículas cerámicas y simula adecuadamente la disminución de la velocidad de endurecimiento por deformación provocada por la fractura de los refuerzos. Las predicciones de la ductilidad son muy cercanas a los resultados experimentales.

## 6.2 TRABAJO FUTURO

Como complemento a la investigación realizada se presentan las siguientes líneas de trabajo para futuros estudios.

- Estudiar cuantitativamente la distribución y densidad de los precipitados S' en el compuesto y en la aleación sin reforzar en la condición T651.

- Estudiar el proceso de cizalla de la fase  $\delta'$  en la aleación en condición T4 mediante microscopía electrónica de alta resolución.
- Estudiar los mecanismos de deformación cíclica de la aleación y el compuesto en condición T4 a distintas semiamplitudes de deformación.
- Extender el modelo presentado para tener en cuenta otros factores microestructurales como la presencia de refuerzos de distinta forma y la distribución espacial no homogénea de las partículas cerámicas en la matriz.
- Introducir la decohesión matriz-refuerzo dentro de los mecanismos de daño contemplados por el modelo micromecánico y analizar su influencia en la curva tensión-deformación y la ductilidad del compuesto.

# Capítulo 7

## BIBLIOGRAFÍA

- Abis S., Evangelista E., Mengucci P. y Riotinto G., "Microestructural evolution of Al-Li-Cu-Mg-Zr AA 8090 alloy during ageing at 160°C", *Aluminium-Lithium V*, Williansburg, Virginia, pp. 681-690. Ed. MCEP. Birmingham, UK, (1989).
- Allison J. E. y Jones J. W., "Fatigue behaviour of discontinuously reinforced metal-matrix-composites", en "Fundamentals of metal matrix composites" (Eds. Suresh S., Mortensen A. y Needleman A.), pp. 269-294. Butterworth-Heinemann, (1993).
- Anderson T. L., "Fracture mechanics", CRC Press, (1991).
- Arsenault R. J. y Taya M., "Thermal residual stress in Metal-Matrix-Composite", *Acta Metall. Mater.*, **35**, pp. 651-659, (1987).
- Ashby M. F. y Jones D. R. H., "Engineering materials vol. 2: An introduction to microstructures, processing and design". Pergamon, (1994).
- ASTM-E112, "Standard test methods for determining average grain size", *Annual book of ASTM standards*, ASTM, Philadelphia, (1988).
- ASTM-E8M, "Standard test methods for tension testing of metallic materials", *Annual book of ASTM standards*, ASTM, Philadelphia, (1989).
- Bao G., Hutchinson J. W. y McMeeking R. M., "Particle reinforcement of ductile matrices against plastic flow and creep", *Acta Metall. Mater.*, **39**, pp. 1871-1882, (1991a).
- Bao G., Hutchinson J. W. y McMeeking R. M., "The flow stress of dual-phase non-hardening solids", *Mech. Mater.*, **12**, pp. 85-94, (1991b).

- Barlow C. I. y Hansen N., "Deformation structures and flow stress in aluminium containing short whiskers", *Acta Metall. Mater.*, **39**, pp. 1971-1979, (1991).
- Barlow C. I. y Hansen N., "Dislocation configurations in metal-matrix-composites correlated with numerical predictions", *Acta Metall. Mater.*, **43**, pp. 3633-3648, (1995).
- Brechet Y., Embury J. D., Tao S. y Luo L., "Damage initiation in metal-matrix-composites", *Acta Metall. Mater.*, **39**, pp. 1781-1786, (1991).
- Brockenbrough J. R. y Zok F. W., "On the role of particle cracking in flow and fracture of metal matrix composites", *Acta Metall. Mater.*, **43**, pp. 11-20, (1995).
- Broek D., "Elementary engineering fracture mechanics", Martinus Nijhoff Publishers, (1983).
- Calabrese C. y Laird C., "Cyclic stress-strain response of two-phase alloys. Part I. Microstructures containing particles penetrable by dislocations", *Mater. Sci. Engng.*, **13**, pp. 141-157, (1974a).
- Calabrese C. y Laird C., "Cyclic stress-strain response of two-phase alloys. Part I. Particles not penetrated by dislocations", *Mater. Sci. Engng.*, **13**, pp. 159-174, (1974b).
- Clyne T. W. y Withers P. J., "An introduction to Metal Matrix Composites", Cambridge University Press, (1993).
- Corbin S. F. y Wilkinson D. S., "The influence of particle distribution on the mechanical response of a particulate metal matrix composite", *Acta Metall. Mater.*, **42**, pp. 1311-1318, (1994a).
- Corbin S. F. y Wilkinson D. S., "Low strain plasticity in a particulate metal matrix composite", *Acta Metall. Mater.*, **42**, pp. 1319-1328, (1994b).
- Corbin S. F. y Wilkinson D. S., "Influence of matrix strength and damage accumulation on the mechanical response of a particulate metal matrix composite", *Acta Metall. Mater.*, **42**, pp. 1329-1336, (1994c).

- Chawla K. K., "Composites materials", Springer-Verlag New York, (1987).
- Christman T. y Suresh S., "Microestructural development in an aluminum alloy-SiC whisker composite", *Acta Metall. Mater.*, **36**, pp. 1691-1704, (1988).
- Christman T., Needleman A. y Suresh S., "An experimental and numerical study of deformation in metal-ceramic composites", *Acta Metall. Mater.*, **37**, pp. 3029- 3050, (1989).
- Damerval C., Lapasset G. y Kubin L. F., "Plastic instabilities in some aluminium-alloys", *Aluminium-Lithium V*, Williansburg, Virginia, pp. 859-868, Ed. MCEP. Birmingham, UK, (1989).
- Del Río J. Plazaola F. y De Diego N., "A positron annihilation study of the formation and dissolution of L<sub>12</sub> precipitates in Al-Li alloys", *Philos. Mag.*, **A69**, pp. 591-596, (1994).
- Derby B. y Walker J. R., "The role of enhanced matrix dislocation density in strengthening metal matrix composites", *Scripta Met.*, **22**, pp. 529-532, (1988).
- Derby B. y Mummery P. M., "Fracture behavior", en "Fundamentals of metal matrix composites"(Eds. Suresh S., Mortensen A. y Needleman A.), pp. 251-268 . Butterworth-Heinemann, (1993).
- Derby B., Mummery P. M. y Lawrence C. W., "Characterisation of damage in particle reinforced metal matrix composites", en "Intrinsic and extrinsic fracture mechanisms in inorganic composite systems" (Eds. Lewandowski J. J. y Warren H. H.), pp. 7-13. T.M.S., (1995).
- Dieter G. E., "Mechanical Metallurgy", McGraw Hill, (1988).
- E. Schmidt, Patente alemana N° 4254151, 425452 y 427370 (1924). NO
- Elices M., "Mecanica de la fractura", Servicio de publicaciones de la E.T.S. de Ingenieros de Caminos Canales y Puertos de la U.P.M., (1995).
- Flower H. M., Gregson P. J., Tite C. N. J., y Mukhopadhyay A. K., "The effect of composition and heat treatment upon

- microstructure/property relationships in Al-Li-Cu-Mg alloys", en "Aluminum alloys their physical and mechanical properties", Charlottesville, Virginia, pp. 743-754, Ed. EMAS. Warley, UK, (1986).
- Gibson R. F.. "Principles of composite material mechanics", MacGraw-Hill, (1994).
- González C. y LLorca J., "Prediction of the tensile stress-strain curve and ductility in Al/SiC composites", *Scripta Mater.*, **35**, pp 91-97, (1996).
- Hansen N. y Barlow C. I., "Microstructural evolution in whisker- and particle-containing materials", en "Fundamentals of metal matrix composites" (Eds. Suresh S., Mortensen A. y Needleman A.), pp. 297-326. Butterworth-Heinemann, (1993).
- Harris S. J., Noble B., Dinsdale K. y Pridham M., "The influence of S' ( $Al_2CuMg$ ) precipitation on the strength, fatigue and creep properties of aluminium-lithium alloys", en "Aluminum alloys their physical and mechanical properties", pp. 755-765, Charlottesville, Virginia, Ed. EMAS. Warley, UK, (1986).
- Hatch J. E., "Aluminum, properties and physical metallurgy", ASM, Metals Park, Ohio (1984)
- Humphreys P. J., Miller W. S. y Djazeb M. R., "Microstructural development during thermomechanical processing of particulate reinforced metal-matrix-composites", *Mater. Sci. Tech.*, **6**, pp. 1157-1166, (1990).
- Hunt E., Pitcher P. D. y Gregson P. J., "Precipitation behaviour in SiC reinforced 8090 and 2124 MMC", en "Advanced aluminium and magnesium alloys", pp. 687-694, Ed. ASM., (1990).
- Hutchinson J. W. y McMeeking R. M., "Continuum models for deformation: discontinuous reinforcements", en "Fundamentals of metal matrix composites", pp. 158-173 (Eds. Suresh S., Mortensen A. y Needleman A.). Butterworth-Heinemann (1993).

- Justice I., Martínez J. L., Poza P. y LLorca J., "Reinforcement stresses during deformation of sphere- and particulate-reinforced Al-matrix composites", *Metall. Trans.*, **A27**, pp. 406-410, (1996).
- Kim C. T., Lee J. K. y Plichta M. R., "Plastic relaxation of thermoelastic stress in aluminum/ceramic composites", *Metall. Trans.*, **A 21**, pp. 673-682, (1990).
- Kiser M. T., Zok F. W., Brockenbrough J. R., Hunt W. H. y Wilkinson D. S., "Deformation and damage in a particulate metal matrix composite", en "Intrinsic and extrinsic fracture mechanisms in inorganic composite systems" (Eds. Lewandowski J. J. y Hunt W. H.), pp. 25-29. T.M.S., (1995).
- Kiser M. T., Zok F. W. Y Wilkinson D. S., "Plastic flow and fracture of a particulate metal matrix composite", *Acta Metall. Mater.*, **36**, pp 3465-3476, (1996).
- Knowles D. M. y King J. E., "The influence of ageing on fatigue crack growth in SiC-particulate reinforced 8090", *Acta Metall. Mater.*, **39**, pp. 793-806, (1991a).
- Knowles D. M. y King J. E., "Influence of macroscopic residual stress fields on fatigue crack growth measurement in SiC particulate reinforced 8090 aluminium alloy", *Mater. Sci. Tech.*, **7**, pp. 1015-1020, (1991b).
- Knowles D. M. y King J. E., "Role of reinforcement/matrix interfacial strength in fatigue crack propagation in particulate SiC reinforced aluminium alloy 8090", *Mater. Sci. Tech.*, **8**, pp. 500-509, (1992).
- Koczack M. J., Khatri S. C., Allison J. E. y Bader M. G., "Metal-matrix-composites for ground vehicle, aerospace, and industrial applications", en "Fundamentals of metal matrix composites" (Eds. Suresh S., Mortensen A. y Needleman A.), pp. 297-326. Butterworth-Heinemann (1993).
- Kojima K. A., Lewis R. E. y Kaufman M. J., "Microstructural characterization and mechanical properties of spray-cast Al-Li-Cu-Mg-

- Zr alloy", Aluminium-Lithium V, Williansburg, Virginia, pp. 85-94, Ed. MCEP. Birmingham, UK, (1989).
- Kumar S. y McShane H. B., "Characterization of evolution of microstructure during processing of Al-Li-Cu-Mg-Zr cast alloys", *Mater. Sci. Tech.*, **9**, pp. 981-986, (1993).
- Laird C., "Cyclic deformation of metals and alloys", en "Treatise on material science and technology: Vol. 6: Plastic deformation of materials" (Ed. Arsenault R. J.), pp. 101-162 , Academic Press, (1975).
- Levy A. y Papazian J. M., "Tensile properties of short fiber reinforced SiC/Al composites; Part II: finite-elements analysis", *Metall. Trans.*, **A 21**, pp. 411-420, (1990).
- Lewis C. A. y Withers P. J., "Weibull modelling of particle cracking in metal matrix composites", *Acta Metall. Mater.*, **43**, pp. 3685-3699, (1995).
- Liu Y. L., Zhang Y., Hu Z. Q. y Shi C. X., "Grain structure, tensile properties and fracture behavior of an Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy", *Z. Metallkd*, **83**, pp. 47-51, (1992).
- Liu Y. L., Hu Z. Q. Zhang Y., y Shi C. X., "The solidification behavoir of 8090 Al-Li alloy", *Metall. Trans.*, **B24**, pp. 857-865, (1993).
- LLorca J., "The cyclic stress-strain curve of discontinuosly-reinforced Al- and Mg-based composites", *Scripta Met.*, **30**, pp. 755-760, (1994a).
- LLorca J., "A numerical study of the mechanisms of cyclic strain hardening in metal-matrix-composites", *Acta Metall. Mater.*, **42**, pp. 151-162, (1994b).
- LLorca J., "An analysis of the influence of reinforcement fracture on the strength of discontinuously-reinforced metal-matrix composites", *Acta Metall. Mater.*, **43**, pp. 181-192, (1995).
- LLorca J., Needleman A. y Suresh S., "An analysis of the effects of matrix void growth on deformation and ductility in metal-ceramic composites", *Acta Metall. Mater.*, **39**, pp. 2317-2335, (1991).

- LLorca J, Suresh S. y Needleman, "An experimental and numerical study of cyclic deformation in metal-matrix composite", *Metall. Trans., A* **23**, pp. 919-934, (1992).
- LLorca J., Martín A., Ruiz J. y Elices M., "Particulate fracture during deformation of a spray formed metal matrix composite", *Metall. Trans., A* **24**, pp. 1575-1588, (1993).
- LLorca J. y Poza P., "Influence of matrix strength on reinforced fracture and ductility in Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites", *Mater. Sci. Engng.*, **A185**, pp. 25-37, (1994a).
- LLorca J., Ruiz J., Healy J. C., Elices M. y Beevers C. J., "Fatigue crack propagation in salt water, air and high vacuum in a spray-formed particulate reinforced metal matrix composite", *Mater. Sci. Engng.*, **A185**, pp. 1-15, (1994b).
- LLorca J. y Poza P., "Influence of reinforcement fracture and ductility on the cyclic stress-strain curve of metal-matrix-composites", *Acta Metall. Mater.*, **43**, pp. 3959-3969, (1995a).
- LLorca J. y Elices M., "Mechanisms and mechanics of reinforcement fracture in discontinuously-reinforced aluminum composites", en "Intrinsic and extrinsic fracture mechanisms in inorganic composite systems" (Eds. Lewandowski J. J. y Hunt W. H.), pp. 15-24. T.M.S., (1995b).
- LLorca J., Martínez J. L. y Elices M., "Reinforcement fracture and ductility in sphere-reinforced metal-matrix composites", *Fatigue and fracture of Engineering Materials and Structures*. En publicación (1996).
- Lloyd D. J., *Aspects of Fracture in Particulate Reinforced Metal Matrix Composites*, *Acta Metall. Mater.*, **39**, pp. 59-71, (1991).
- Lloyd D. J., "Particulate reinforced aluminum and magnesium matrix composites", *Int. Mater. Rev.*, **39**, pp. 1-23, (1994a).
- Lloyd D. J., "The elevated temperature behaviour of particule reinforced Al matrix composites", en "High performance composites:

- commonalty of phenomena" (Eds. Chawla K. K., Liaw P. K. y Fishman S. G.), pp. 465-473. The Minerals, Metals & Materials Society, (1994b).
- Lloyd D. J., "Factors influencing the tensile ductility of melt processed particle reinforced aluminum alloys", en "Intrinsic and extrinsic fracture mechanisms in inorganic composite systems" (Eds. Lewandowski J. J. y Warren H. H.), pp. 39-47, T.M.S. (1995).
- Lloyd D. J., Burke H. y Farahbakhsh B., "Temperature dependence of modulus in particle reinforced composites", *Mater. Sci. Tech.*, **10**, pp. 257-262, (1994).
- Mahon G. J., Howe J. M. y Vasudevan K., "Microstructural development and the effect of interfacial precipitation on the tensile properties of an aluminum/silicon-carbide composite", *Acta Metall. Mater.*, **38**, pp. 1503-1512, (1990).
- Masuda-Jindo K. y Terakura K., "First principle theoretical calculations on elastic moduli enhancement of Al-Li alloys", *Aluminium-Lithium V*, Williamsburg, Virginia, pp. 789-798. Ed. MCEP. Birmingham, UK (1989).
- Matthews F. L. y Rawlings R. D., "Composite materials: engineering and science", Chapman & Hall, Londres, (1994).
- McDanel D. L., "Analysis of stress-strain, fracture and ductility behavior of aluminum matrix composites containing discontinuous silicon carbide reinforcement", *Metall. Trans., A* **16**, pp. 1105-1115, (1985).
- Metals Handbook vol. 8, "Metallography, structures and phase diagrams", ASM, (1973).
- Metals Handbook vol. 9, "Fractography and atlas of fractographs", ASM, (1973).
- Miller W. S., White J. y Lloyd D. J., "The Metallurgy of Al-Li Based Alloys", en "Aluminum alloys their physical and mechanical properties", pp. 1799-1836, Charlottesville, Virginia, Ed EMAS. Warley, UK, (1986).

- Miller W. S., Lensen L. A. y Humphreys F. J., "The strength, toughness and fracture behaviour in Aluminium-Lithium based metal matrix composites", *Aluminium-Lithium V*, Williamsburg, Virginia, pp. 931-941. Ed. MCEP. Birmingham, UK, (1989).
- Miller W. S. y Humphreys F. J., "Strengthening mechanisms in metal matrix composites", en "Fundamental relationships between microstructure and mechanical properties of metal matrix composites" (Eds. Liaw P. K. y Gungor M.), pp. 517-541. T.M.S. ,(1990).
- Miller W. S. y Humphreys F. J., "Strengthening mechanisms in metal matrix composites", *Scripta Met.*, **25**, pp. 33-38, (1991).
- Mochida T., Taya M y Obata M., "Effect of damaged particles on the stiffness of a particle/metal matrix composite", *JSM International Journal*, **34**, pp. 187-193, (1991)
- Nardone V. C. y Prewo K. M., "On the strength of discontinuous silicon carbide-reinforced aluminum composites", *Scripta Met.*, **20**, pp. 43-48, (1986).
- Needleman A., Nutt S. R., Suresh S. y Tvergaard V., "Matrix, reinforcement and interfacial failure", en "Fundamentals of metal matrix composites" (Eds. Suresh S., Mortensen A. y Needleman A.), pp. 233-250. Butterworth-Heinemann, (1993).
- Oh K. H., Lee H. I., Kim T. S. y Kim T. H., "Effect of SiC whisker reinforcement on the precipitation behaviour/tensile properties of Al-Cu-(Mg, Li) alloys", (1989).
- Papazian J. M., "Effects of SiC whiskers and particles on precipitation in aluminum matrix composites", *Metall. Trans.*, **A 19**, pp. 2945-2953, (1988).
- Papazian J. M. y Adler P. N., "Tensile properties of short fiber reinforced SiC/Al composites; Part I: Effects of matrix precipitates", *Metall. Trans.*, **A 21**, pp. 401-410, (1990).
- Polmear I. J., " *Ligth alloys, metallurgy of the lighth metals*", Edward Arnold, Reino Unido, (1989).

- Poza P. y LLorca J., "Mechanical behaviour and failure micromechanisms of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites under cyclic deformation", *Metall. Trans.*, **A26**, pp. 3131-3141, (1995a).
- Poza P. y LLorca J., "A study of the failure mechanisms in Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Al/SiC composites through quantitative microscopy", *Journal of Material Science*, **30**, pp. 6075-6082, (1995b).
- Poza P. y LLorca J., "Fracture toughness and fracture mechanisms of Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites at cryogenic and elevated temperatures", *Mater. Sci. Engng.*, **A206**, pp. 183-193, (1996).
- Sanders T. H. Jr. y Starke E. A. Jr., "The Effect of slip distribution on the monotonic and cyclic ductility of Al-Li binary alloys", *Acta Metall. Mater.*, **30**, pp. 927-939, (1982).
- Sanders T. H. Jr. y Starke E. A. Jr., "The metallurgy of aluminum-lithium alloys-a review", *Aluminium-Lithium V*, Williansburg, Virginia, pp. 1-37. Ed. MCEP. Birmingham, UK, (1989).
- Sankaran K. K. y Grant N. J., "The structure and properties of splat-quenched aluminum alloy 2024 containing lithium additions", *Mater. Sci. Engng.*, **44**, pp. 213-227, (1980).
- Shi N. y Arsenault R. J., "Plastic flow in SiC/Al composites-strengthening and ductility", *Annu. Rev. Mater. Sci.*, **24**, pp. 321-357, (1994).
- Shi N. y Arsenault R. J., "Composite ductility-The role of reinforcement and matrix", en "Intrinsic and extrinsic fracture mechanisms in inorganic composite systems" (Eds. Lewandowski J. J. y Hunt W. H.), pp. 69-76. T.M.S., (1995).
- Singh P. M. y Lewandowski J. J., "Effects of heat treatment and reinforcement size on reinforcement fracture during tension testing of a SiC<sub>p</sub> discontinuously reinforced aluminum alloy", *Metall. Trans.*, **A 24**, pp. 2531-2643, (1993).
- Singh P. M. y Lewandowski J. J., "Damage evolution in discontinuously reinforced aluminum alloys", en "Intrinsic and extrinsic fracture

- mechanisms in inorganic composite systems" (Eds. Lewandowski J. J. y Hunt W. H.), pp. 57-68. T.M.S., (1995).
- Somerday B. P. y Gangloff R. P., "Global constraint-insensitive fracture in SiC particulate-reinforced AA 2009", *Metall. Trans., A* **25**, pp. 1471-1479, (1994).
- Suresh S., "Fatigue of materials", Cambridge University Press, (1991).
- Suresh S., Vasudevan A. K., Tosten M. y Howell P. R., "Microscopic and macroscopic aspects of fracture in lithium-containing aluminium alloys", *Acta Metall. Mater.*, **35**, pp. 25-46, (1987).
- Suresh S., Christman T. y Sugimura Y., "Accelerated ageing in cast Al alloy-SiC particulate composites", *Scripta Met.*, **23**, pp. 1599-1602, (1989).
- Suresh S. y Chawla K. K., "Ageing characteristics of reinforced metals", en "Fundamentals of metal matrix composites" (Eds. Suresh S., Mortensen A. y Needleman A.), pp. 119-136. Butterworth-Heinemann, (1993).
- Taya M. y Mori T., "Dislocations punched-out around a short fiber metal matrix composite subjected to uniform temperature change", *Acta Metall. Mater.*, **35**, pp. 155-163, (1987).
- Taya M. y Arsenault R. J., "Metal Matrix Composites, thermomechanical behaviour", Pergamon Press, (1989).
- Tveergard V., "Analysis of tensile properties for a whisker-reinforced metal-matrix composite", *Acta Metall. Mater.*, **38**, pp. 185-194, (1990).
- Vaidya R. U., Li X., Chawla K. K. y Zurek A. K., "Ageing response and mechanical properties of a SiC<sub>p</sub>/Al-Li (8090) composite", *Journal of Material Science*, **29**, pp. 2944-2950, (1994).
- Van Stone R. H., Cox T. B., Low J. R. y Psioda J. A., "Microstructural aspects of fracture by dimpled rupture", *Inter. Metals. Rev.*, **30**, pp. 157-179, (1985).

- Ventakeswara Rao K. T. y Ritchie R. O., "Fatigue of aluminium-lithium alloys", *Inter. Metals. Rev.*, **37**, pp. 153-185, (1992).
- Vogelsang M., Arsenault R. J. y Fisher R. M., "An *in situ* HVEM study of dislocation generation at Al/SiC interfaces in Metal-Matrix-Composites", *Metall. Trans., A* **17**, pp. 379-389, (1986).
- Vyletel G. M., Van Haken D. C. y Allison J. E., "Effect of microstructure on the cyclic response and fatigue behaviour of an XD™ aluminum metal matrix composite", *Scripta Met.*, **25**, pp. 2405-2410, (1991).
- Vyletel G. M., Allison J. E. y Van Haken D. C., "The influence of matrix microstructure and TiC reinforcement on the cyclic response and fatigue behaviour of 2219 Al", *Metall. Trans., A* **24**, pp. 2545-2557, (1993).
- Vyletel G. M., Allison J. E. y Van Haken D. C., "The influence of matrix microstructure on cyclic response and fatigue behaviour of particle-reinforced 2219 aluminum. Part I: Room temperature behaviour", *Metall. Trans., A* **26**, pp. 3143-3154, (1995a).
- Vyletel G. M., Allison J. E. y Van Haken D. C., "The influence of matrix microstructure on cyclic response and fatigue behaviour of 2219 aluminum. Part II: Behaviour at 150 °C", *Metall. Trans., A* **26**, pp. 3155-3162, (1995b).
- Wallin K., Saario T. y Törrönen K., "Fracture of brittle particles in a ductile matrix", *Int. J. Fracture*, **32**, pp 201-209, (1987).
- Wang B., Janowski G. M. y Patterson B. R., "SiC particle cracking in powder metallurgy processed aluminum matrix composite materials", *Metall. Trans., A* **26**, pp. 2457-2467, (1995).
- White J., Palmer I. G., Hughes I. R. y Court S. A., "Development of metal matrix composite system based on aluminium-lithium", *Aluminium-Lithium V*, Williansburg, Virginia, pp. 1635-1645. Ed. MCEP. Birmingham, UK, (1989).
- Williams D. B., "The binary aluminum-lithium phase diagram", *Aluminium-Lithium V*, Williansburg, Virginia, pp. 551-563. Ed. MCEP. Birmingham, UK, (1989).

Willis T. C., "Spray deposition process for metal matrix composites manufacture", *Metals and Materials*, **4**, pp. 485-488, (1988).

Wu Y. y Lavernia E. J., "Strengthening behavior of particulate reinforced MMCs", *Scripta Met.*, **27**, pp. 173-178, (1992).

Zhao D., Tuler F. R. y Lloyd D. J., "Fracture at elevated temperatures in a reinforced composite", *Acta Metall. Mater.*, **42**, pp. 2525-2533, (1994).